

# Contribution à l'étude du comportement visco-élastoplastique d'un composite structural lin/époxy

Constantin Stochioiu

▶ **To cite this version:**

Constantin Stochioiu. Contribution à l'étude du comportement visco-élastoplastique d'un composite structural lin/époxy. Mécanique [physics]. Université Bourgogne Franche-Comté; Universitatea politehnica (Bucarest), 2020. Français. NNT : 2020UBFCK023 . tel-03116627

**HAL Id: tel-03116627**
**https://theses.hal.science/tel-03116627**

Submitted on 20 Jan 2021

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

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

**THESE DE DOCTORAT DE L'ETABLISSEMENT UNIVERSITE BOURGOGNE FRANCHE-COMTE**

**PREPAREE A L'UBFC ET A L'UPB**

Ecole doctorale n°37

Ecole Doctorale Sciences Pour l'Ingénieur et Microtechniques (ED SPIM)

Doctorat de Mécanique et Energétique

Par

M. STOCHIOIU Constantin

# Contribution à l'étude du comportement visco-élastoplastique d'un composite structural lin/époxy

Thèse présentée et soutenue à Bucarest, le 18.09.2020

Composition du Jury :

| | | |
|---|---|---|
| Mme GONG Xiaojing | Professeur, Université Toulouse 3 | Présidente |
| M. MOCANU Costel Iulian | Professeur, Université de Galați | Rapporteur |
| M. FONTAINE Stéphane | Professeur, Université de Bourgogne Franche Comté | Directeur de thèse |
| M. GHEORGHIU Horia-Miron | Professeur, Université POLITEHNICA de Bucarest | Directeur de thèse |
| M. ZAPCIU Miron | Professeur, Université POLITEHNICA de Bucarest | Invité |
| M. PIEZEL Benoît | Maître de conférences, Université de Bourgogne Franche Comté | Invité |

*A ma mère ...*

## Remerciements

Le long et fascinant chemin de la thèse de doctorat vient de se terminer. Je suis fier d'avoir été accompagné par des personnes remarquables, qui ont fait de mes années de thèse une expérience inoubliable.

Je tiens à remercier à ceux qui m'ont accordé leur temps et ont accepté le fardeau d'évaluer mon travail, en tant que rapporteurs, Mme. Xiao-Jing GONG, de l'Université Toulouse 3 et M. Costel Iulian MOCANU, de l'Université « Dunărea de Jos » de Galați. Je remercie aussi à M. Miron ZAPCIU et à M. Benoît Piezel pour avoir accepté de faire partie du jury de la soutenance de ma thèse de doctorat.

Je remercie à ceux qui m'ont initié et dirigé sur ce chemin, mes deux directeurs de thèse, M. Stéphane FONTAINE et M. Horia-Miron GHEORGHIU. Le long du parcours, leurs conseils et guidages m'ont permis de rester sur le bon chemin, même dans les plus difficiles moments, tel qu'il n'existe pas des mots assez chaleureux pour complètement exprimer ma gratitude.

Mon travail de recherche a été encadré par deux équipes de recherche, de la part du laboratoire DRIVE, en France, et du département de Résistance des matériaux, en Roumanie, équipes auxquelles je remercie pour leur support. Je tiens à remercier, spécialement, à M. Benoît PIEZEL qui, par nos fréquentes discutions, face à face et, plus souvent, à distance, durant mes séjours en Roumanie, a eu une contribution essentielle.

Je remercie, aussi, aux deux collectifs des laboratoires de recherche d'accueil, ainsi que leurs directeurs, pour m'avoir accepté de leurs côtés. Je souhaite évoquer les nombreuses contributions des M. Daniel VLĂSCEANU et M. Florin BACIU à la conception des expériences réalisées dans le département de Résistance des matériaux. Je remercie à M. Anton HADĂR pour son encouragement et pour son support au bon déroulement de la thèse. Je remercie aux membres non-scientifiques des équipes, spécialement à Martine AIME qui, avec beaucoup de chaleur et d'amitié, a eu une gestion impeccable des démarches administratives auprès de l'UBFC.

Je remercie à mes « collègues de souffrance » qui, durant mes études à Nevers, ont devenu mes amis et qui ont fait de mes séjours en France un plaisir. Rémi et Noémie, des profonds remerciements pour m'avoir accueilli en décembre 2019. Flavia, Ayoub, Asma,

Esubalew, Pedro, et Iria, je vous remercie pour être devenus ma famille loin de la maison. Je n'oublierai jamais nos discutions, nos repas et nos soirées ensemble.

J'adresse des remerciements infinis à ma famille qui m'a soutenu tout au long de mon parcours doctoral. Je vous remercie, aussi, pour m'avoir mis et, ensuite, maintenu, même avec fermeté, sur la bonne voie.

A tous, je vous remercie!

# Sommaire

**Introduction générale** ..... 13
**Chapitre 1 : Etat de l'art** ..... 17
1.1 Introduction ..... 18
1.2 Les matériaux composites ..... 19
1.3 Fibres de lin et applications structurales ..... 25
1.4 De la plante de lin à la fibre de lin ..... 27
1.4.1 Production de la fibre ..... 28
1.4.2 Microstructure ..... 29
1.4.3 Propriétés mécaniques ..... 30
1.4.4 Mécanismes liés au comportement des fibres ..... 31
1.5 Résine époxyde ..... 32
1.6 Les composites lin/époxy ..... 34
1.7 Viscoélasticité ..... 38
1.7.1 Viscoélasticité linéaire ..... 38
1.7.2 Viscoélasticité non-linéaire ..... 44
1.8 Viscoplasticité ..... 46
1.9 Conclusions ..... 53
**Chapitre 2 : Fabrication et caractérisation mécanique du composite à fibre de lin** ..... 57
2.1 Introduction ..... 58
2.2 Fabrication du matériau et des éprouvettes ..... 58
2.3 Essais de caractérisation mécanique ..... 61
2.4 Essais de type charge-décharge à vitesse de chargement variable ..... 65
2.5 Essais de type charge-décharge à contrainte variable ..... 70
2.6 Conclusions ..... 73
**Chapitre 3 : Essais de caractérisation visco – élastoplastique** ..... 77
3.1 Introduction ..... 78

3.2 Essais préliminaires ..... 78
3.2.1 Conception des essais préliminaires ..... 78
3.2.2 Machines et appareils ..... 80
3.2.3 Résultats des essais préliminaires ..... 81
3.3 Essais de fluage-recouvrance à durée de fluage variable ..... 87
3.4 Essais de fluage – recouvrance à contrainte variable ..... 91
3.5 Conclusions ..... 96
**Chapitre 4 : Identification de la loi de comportement visco-élastoplastique** ..... 99
4.1 Introduction ..... 100
4.2 Procédure d'identification des paramètres de la loi de comportement ..... 100
4.2.1 Modélisation de la déformation viscoplastique par le modèle de Zapas et Crissman ..... 102
4.2.2 Modélisation de la déformation viscoélastique linéaire ..... 105
4.2.3 Identification des paramètres de non-linéarité ..... 107
4.3 Résultats de l'identification des paramètres du modèle et discussion ..... 109
4.3.1 Paramètres du modèle de viscoplasticité ..... 109
4.3.2 Paramètres du modèle de viscoélasticité linéaire ..... 110
4.3.3 Paramètres du modèle de viscoélasticité non-linéaire ..... 113
4.4 Conclusions ..... 115
**Chapitre 5 : Formulation incrémentale de la loi de comportement** ..... 119
5.1 Introduction ..... 120
5.2 Formulation incrémentale de la loi de viscoélasticité non-linéaire ..... 120
5.3 Formulation incrémentale de la loi de viscoplasticité ..... 123
5.4 Validation du modèle numérique ..... 124
5.5 Simulation d'un essai charge/décharge à vitesse variable ..... 125
5.6 Simulation d'un essai de charge-décharge a contrainte variable ..... 128
5.7 Simulation d'un essai de traction ..... 130

5.1 Conclusions ..... 131

**Conclusions générales et perspectives** ..... 135

**Contributions personnelles** ..... 139

**Annexes** ..... 141

Annexe 1 : Résultats pour les éprouvettes présentées dans le Chapitre 2 ..... 141

Annexe 2 : Résultats pour les éprouvettes présentées dans le Chapitre 3 ..... 144

**Bibliographie** ..... 147

# Introduction générale

La réduction de l'impact des activités humaines sur l'environnement fait l'objet, depuis plusieurs années, de nombreuses recherches. Parmi elles figure le développement de nouveaux matériaux prenant en compte les politiques de développement durable. Dans le domaine des transports, les matériaux composites sont de plus en plus utilisés. En effet, la diminution de l'émission des gaz à effet de serre des véhicules automobiles ou d'autres moyens de transports est nécessite la diminution de leur masse [1]. Du fait de leurs propriétés spécifiques plus élevées que les matériaux métalliques traditionnelles, les matériaux composites sont très bien adaptés à ces objectifs écologiques.

Aujourd'hui, les principales fibres utilisées dans la fabrication des composites à matrice organique sont les fibres de verre et les fibres de carbone. Ces composites font aujourd'hui l'objet de nombreuses applications structurales dans plusieurs domaines (aéronautique, nautisme, sport automobile, …). Plus récemment, le remplacement de ces fibres synthétiques par des fibres végétales fait l'objet de travaux recherches aussi bien académiques qu'industrielles [2]. L'utilisation de fibres végétales, comme les fibres de lin, de chanvre et de jute utilise des ressources renouvelables et permet, ainsi, de réduire l'empreinte écologique de la fabrication des matériaux composites. En effet, ces fibres ont un coût énergétique significativement plus faible que celui des fibres synthétiques. De plus, l'utilisation de fibres naturelles dans la fabrication de matériaux composites permet de valoriser des ressources agricoles produites localement [3].

Ainsi, la France est le premier producteur en Europe de fibres de lin. Depuis plusieurs années, ces fibres, historiquement dédiées à la fabrication de tissus, ont trouvé un nouveau débouché comme renforts dans les matériaux composites, associés à des polymères thermodurs ou thermoplastiques. Ces fibres longues de lin ont des propriétés mécaniques rapportées à leurs densités élevées. Il est, donc, possible d'envisager le remplacement des fibres de verre par des fibres de lin dans des matériaux composites destinés à la fabrication de structures. Même si ces composites font l'objet de nombreuses recherches, plusieurs problématiques scientifiques et techniques limitent encore leur utilisation industrielle.

Outre la dispersion importante des propriétés des fibres de lin, le comportement à long terme des composites à base de fibres de lin est un enjeu important pour le développement de leur utilisation. Du fait du caractère hydrophile des fibres naturelles, ils sont très sensibles aux variations d'humidité, modifiant ainsi les propriétés du composite et pouvant entrainer un

vieillissement précoce. La température est aussi un paramètre important influençant les propriétés du matériau [4]. Par ailleurs, du fait du comportement non-linéaire et visco-élastoplastique des fibres de lin, le comportement de ces composites est plus complexe à prévoir. Cela rend plus difficile que pour des composites à fibres synthétiques la prédiction du comportement de grandes structures soumises à des chargements complexes. Parmi les cas de charges susceptibles d'être subis en service par le matériau, la résistance en fluage est une caractéristique importante mais mal comprise. Plusieurs études ont montré le caractère viscoélastique des composites à fibres de lin lorsqu'ils sont sollicités dans le sens des fibres. Cela se traduit par des propriétés d'amortissement plus élevés lors de sollicitations vibratoires que pour des composites à base de fibres synthétiques. Il est possible de tirer parti de ces propriétés pour certaines applications, notamment dans le loisir et le sport (raquette de tennis, …). Peu d'études ont, par contre, été menées sur le comportement en fluage de ces matériaux. Leur comportement mécanique non-linéaire, mis en évidence en traction monotone rend plus difficile la caractérisation et la prédiction du comportement différé.

L'objectif de ce travail de thèse est de caractériser le comportement en fluage d'un composite à matrice époxy renforcée par des fibres unidirectionnelles de lin. Nous nous concentrerons sur la caractérisation mécanique du composite dans le sens des fibres, afin de mettre en évidence le rôle du comportement particulier de ce type de fibres par rapport aux fibres synthétiques dans le comportement macroscopique du matériau. L'influence de la contrainte nominale sur la déformation en fluage sera étudiée, pour tenir compte du caractère non-linéaire du comportement mécanique de ce type de composite. Un modèle sera, ensuite, proposé pour prédire le comportement en fluage du matériau, qui tienne compte, à la fois, des effets viscoélastiques et viscoplastiques. Ce modèle sera ensuite validé en simulant l'effet de la vitesse de chargement sur le comportement en traction monotone dans le sens des fibres du composite. En effet, peu de modèles ont été à l'heure actuelle proposés pour prédire le comportement mécanique des composites à fibres végétales.

Le manuscrit est structuré en cinq chapitres.

Le **Chapitre 1** est consacré à l'étude bibliographique des composites à fibres de lin. Nous présenterons d'abord l'intérêt de l'utilisation des fibres végétales en remplacement des fibres de verre dans les composites utilisés dans des applications structurales. Nous présenterons ensuite plus en détail les propriétés mécaniques des fibres de lin, ainsi que leur microstructure. Une autre sous-section sera consacrée au comportement mécanique des composites à fibres longues de lin. Enfin, une dernière partie présentera les modèles

viscoélastiques et viscoplastiques, déjà utilisés pour représenter le comportement en fluage des composites, et en particulier des composites utilisant des fibres de lin.

Le **Chapitre 2** présente le matériau de l'étude et le protocole utilisé pour sa fabrication. On s'intéresse ensuite au comportement en traction du composite dans le sens des fibres. Dans un premier temps, on réalisera des essais de traction monotone jusqu'à rupture. Ensuite, l'influence de la vitesse de chargement sur le comportement sera étudiée en réalisant des essais de tractions cyclés. On réalisera également des essais de traction cyclés à contrainte variable, afin de déterminer le seuil en contrainte pour l'apparition d'endommagement. Cette campagne d'essais préliminaires a pour objectif de permettre la mise au point des essais de caractérisation du comportement viscoélastique et viscoplastique du composite.

Le **Chapitre 3** présente la procédure expérimentale mise en place pour caractériser le comportement en fluage dans le sens des fibres du composite. Une première série d'essais cyclés de fluage-recouvrance sera menée afin de mettre en place le protocole d'essais. En effet, la durée de ces essais est longue et nécessite une bonne préparation. Dans un deuxième temps, deux types d'essais cyclés de fluage/recouvrance seront effectuées, à durée de fluage croissante, et à contrainte de fluage croissante. Ces essais permettront de caractériser la dépendance au temps et en contrainte du comportement du composite.

La base de données expérimentales ainsi obtenue est utilisée pour identifier un modèle tenant compte du caractère viscoélastique non-linéaire et viscoplastique. Le **Chapitre 4** présente les modèles choisis, ainsi que la procédure d'indentification des paramètres. On termine le chapitre par la présentation des paramètres obtenus pour le composite étudié.

Le **Chapitre 5** présente une formulation numérique des modèles ainsi obtenus. Des essais de fluage/recouvrance sont tout d'abord simulés. On validera également le modèle en simulant des essais de tractions cyclés à différentes vitesses et à différentes contraintes. Nous vérifierons notamment que le modèle proposé permet ainsi de rendre compte du comportement non-linéaire en traction de ce type de composite.

Le manuscrit se termine avec une partie dédiée aux conclusions tirées de ce travail, une présentation des possibles perspectives de recherche et un résumé des contributions personnelles de l'auteur au sujet de cette thèse.

.

# Chapitre 1 : Etat de l'art

## Contenu du Chapitre 1


1.1 Introduction....18

1.2 Les matériaux composites....19

1.3 Fibres de lin et applications structurales....25

1.4 De la plante de lin à la fibre de lin....27

1.4.1 Production de la fibre....28

1.4.2 Microstructure....29

1.4.3 Propriétés mécaniques....30

1.4.4 Mécanismes liés au comportement des fibres....31

1.5 Résine époxyde....32

1.6 Les composites lin/époxy....34

1.7 Viscoélasticité....38

1.7.1 Viscoélasticité linéaire....38

1.7.2 Viscoélasticité non-linéaire....44

1.8 Viscoplasticité....46

1.9 Conclusions....53

## 1.1 Introduction

L'industrie des matériaux composites connait une croissance constante par suite des caractéristiques supérieures aux matériaux métalliques. Ces qualités sont spécialement liées aux indices de poids qui, dans certains domaines (tels que les transports) sont les critères principaux de conception.

L'accroissement de la consommation de ces matériaux, induit la baisse de leur prix (qui, a son tour, encourage leur utilisation) mais, en même temps, une série d'inconvénients liés à l'impact sur l'environnement.

Les politiques internationales encouragent et même imposent une réduction de l'empreinte écologique de l'activité de l'homme par suite de son effet sur le climat, de plus en plus perturbé.

Certainement, ces initiatives ont une forte influence sur tous les secteurs d'activité, qui sont obligés à s'en adapter. Dans le cas de l'industrie des matériaux composites et de ceux connexes, les solutions de réduction de l'empreinte écologique impliquent le recyclage des matériaux existantes ou l'implémentation des nouveaux matériaux, écologiques qui, en même temps, arrivent aux mêmes performances mécaniques.

Ces matériaux écologiques représentent une solution satisfaisante, spécialement ceux de provenance végétale, comme on verra dans ce chapitre. Malgré cet aspect, ils peuvent faire preuve des comportements qui nécessitent d'être approfondis afin de les intégrer dans la conception de structures.

L'un des verrous qui nécessitent attention c'est le comportement en temps, sous l'action des divers facteurs, tel que la température, l'humidité ou la charge appliquée.

Le matériau choisi pour cette étude est un composite de fibre de lin unidirectionnelle et de résine époxy. Par conséquent de l'utilisation de cette résine, le matériau peut être appelé partialement écologique. Un matériau 100% vert nécessiterait que la résine le soit aussi mais, à présent, elles sont encore au stade de l'étude.

Les composites à renfort de lin présentent un comportement complexe sur la direction de la fibre, par conséquence de sa structure. Cette observation a été faite à la fois par des tests de traction et des tests à longue durée (fluage). Le comportement, bien qu'investigué par la communauté scientifique, n'est pas complétement compris.

Ce chapitre propose une analyse de l'état actuel de la recherche sur les composites à renfort de fibre de lin et les modèles qui pourraient décrire leur comportement.

Les éléments mentionnés dans les paragraphes précédents seront analysés en détail dans ce premier chapitre ainsi :

Dans la première partie on présente une analyse détaillée de l'utilisation des matériaux écologiques, en faisant appel à une série de travaux concernant leurs qualités et leurs possibles utilisations.

Dans la deuxième partie, on présente le matériau de l'étude, à partir des constituants jusqu'au produit qui résulte par leur combinaison, en termes de structure, propriétés mécaniques et comportement sous charges.

La troisième partie présente les possibilités de modélisation du comportement complexe démontré par les composites à renfort de fibre de lin, dans le sens des fibres.

## 1.2 Les matériaux composites

Les propriétés des matériaux jouent un rôle primordial dans les performances d'une structure. Par leurs propriétés mécaniques, ceux-ci imposent des contraintes sur la masse et la résistance du produit final et, ainsi, sur ses possibles applications.

Ces contraintes, liés à des exigences de plus en plus élevées sur les performances du matériau, nécessitent la recherche constante de nouveaux matériaux satisfaisant les cahiers des charges.

Bien que les matériaux métalliques soit encore les matériaux les plus utilisés pour les applications structurales [5, 6], grâce à leur robustesse et à leur coût réduit, de nombreuses situations prouvent que les matériaux composites à renfort fibreux s'avèrent un choix supérieur [7, 8], notamment grâce à la supériorité de certaines propriétés spécifiques, qui seront détaillées dans ce chapitre.

Ce type de matériau est obtenu par la combinaison contrôlée entre une matrice et un renfort fibreux [9] (Figure 1.1). A l'heure actuelle, les fibres de verre et de carbone sont les renforts les plus utilisés.

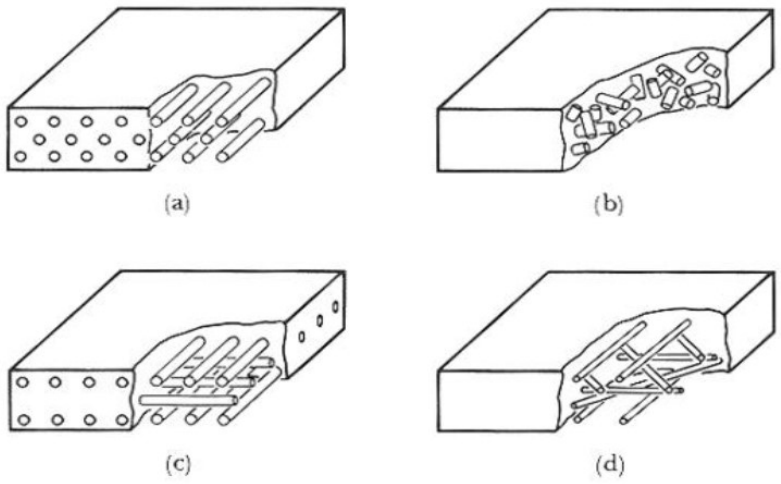



*Figure 1.1 : Exemples de différents types orientation des fibres : a) unidirectionnelle ; b) aléatoire ; c) bidirectionnel ; d) multidirectionnel*

Leur utilisation a permis un allègement considérable des structures, avantage souhaité spécialement dans le domaine des transports [10], où cela se reflète directement par une réduction du combustible consommé et d'émissions de dioxyde de carbon.

Dans l'industrie aéronautique, qui est le plus grand consommateur de matériaux composites, on peut exemplifier le Boeing 787 Dreamliner. Il contient plus de 50% de composites du contenu massique et consomme 20% moins de combustible qu'un avion équivalent fabriqué en aluminium [11].

Dans l'industrie automobile l'existence des normes de pollution (en Europe) ou de consommation de combustible (aux Etas Unis), qui sont de plus en plus exigeantes, force les constructeurs à s'adapter [12]. On peut, à ce sujet, citer le succès du BMW i3, dont le compartiment passager est fabriqué en composite à fibre de Carbonne, ce qui a conduit à l'allégement de 30% par rapport à l'utilisation de l'acier [13].

Les propriétés finales du composite dépendent, à la fois, des propriétés intrinsèques des constituants (fibres et matrice), mais aussi du type de renfort (fibres courtes, fibres longues unidirectionnelles, tissu, etc.), du taux de fibres et de l'orientation des fibres. Le choix de ces différents paramètres dépend des applications envisagées pour le matériau [9].

Le Tableau 1.1 compare les propriétés mécaniques de matériaux métalliques les plus utilisés avec celles des composites à base de fibres de verre et de fibres de carbone. La comparaison des propriétés spécifiques, en particulier la résistance spécifique, montre l'intérêt d'utiliser ces composites pour réduire la masse d'une structure.

*Tableau 1.1 : Propriétés mécaniques des métaux et composites communs* [9, 14]

| Nom | Module élasticité | Contrainte limite | Densité | Résistance spécifique | Module Spécifique |
|---|---|---|---|---|---|
| | $[GPa]$ | $[MPa]$ | $[g/cm^3]$ | $[kNm/kg]$ | $[kNm/kg \cdot 10^3]$ |
| *Acier S97* | 207 | 990 | 7,8 | 126,9 | 26.5 |
| *Alliage Al L65* | 75 | 450 | 2,8 | 160,7 | 26.8 |
| *Alliages Titane* | 105 | 1200 | 4,4 | 272,7 | 23.8 |
| *E-glass/Epoxy* | 40 | 1000 | 1,9 | 526,3 | 21 |
| *Carbonne/Epoxy* | 135 | 1500 | 1,6 | 937,5 | 84,4 |

Cependant, l'utilisation de ces fibres synthétiques, de verre et de carbone, pour la fabrication de matériaux composites, présente plusieurs inconvénients. Le coût énergétique des fibres de synthétiques est plus élevé que pour l'acier ou les autres alliages métalliques communément utilisés (Tableau 1.3). La gestion de la fin de vie de pièces fabriquées à partir de composites à fibres synthétiques est également problématique. Des études se sont intéressées à la recyclabilité de ces matériaux [15, 16]. A l'issu du recyclage, les propriétés mécaniques des matériaux obtenus sont inférieures à celles du matériau initial. D'après Larsen [17], le recyclage par pyrolyse induit une perte d'approximatif 50% de la résistance des fibres. Les composites sont, donc, souvent incinérés après usage, ce qui entraine notamment l'émission de composés chimiques polluants.

Une alternative est le remplacement de ces fibres synthétiques par des fibres végétales, telles que le lin, le chanvre, la jute, le kénaf. Les premières deux ont une grande disponibilité en Europe [18] et font l'objet de nombreux travaux de recherche, ces dernières années, en vue de développer des matériaux composites biosourcés. Le remplacement des fibres synthétiques par des fibres naturelles présente plusieurs avantages. Shah [19] montre, sous forme d'un diagramme d'Ashby, les fibres végétales possédant les propriétés mécaniques spécifiques les plus élevées : le sisal, le coton, la jute, la ramie, le chanvre, le kénaf et le lin. Ces fibres possèdent des propriétés mécaniques spécifiques proches des fibres synthétiques (Figure 1.2 et Tableau 1.2), dues à leur teneur élevée en cellulose et réduite en lignine [20] . Des valeurs pour les propriétés mécaniques, obtenues de la littérature de spécialité pour ces fibres de renfort sont présentées dans le Tableau 1.2. Le lin présente des propriétés mécaniques plus élevées, en comparaison avec d'autres fibres naturelles et sa faible densité (40% plus faible que celle des fibres de verre), est un argument pour son utilisation comme renfort dans des applications où la masse est un critère principal.

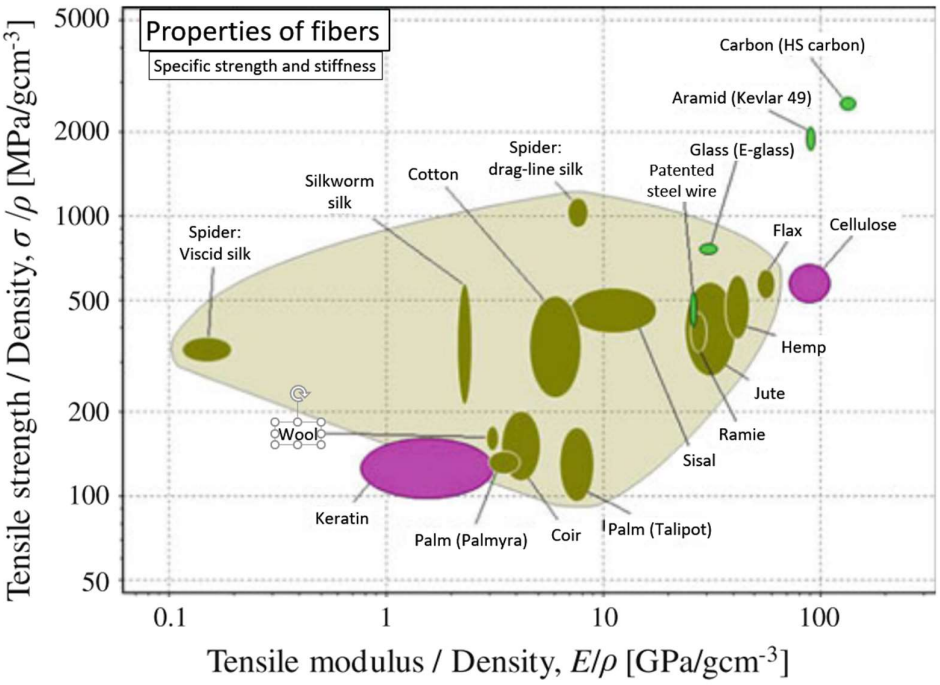



*Figure 1.2: Diagramme d'Ashby des fibres de renfort* [19]

*Tableau 1.2 : Propriétés des renforts fibreux*

| Fibre | Limite de rupture | Module d'Young | Elongation à la rupture | Densité | Résistance spécifique | Source |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | $[MPa]$ | $[GPa]$ | [%] | $[g/cm^3]$ | $[kNm/kg]$ | |
| *Lin* | 345-2000 | 27,5 - 85 | 1 - 4 | 1,54 | 224-1300 | [21] |
| *Jute* | 393 - 773 | 10 – 30 | 1,5 – 1,8 | 1,44 | 273-536 | [21] |
| *Chanvre* | 368 – 800 | 17 – 70 | 1,6 | 1,47 | 250-540 | [21] |
| *Kénaf* | 930 | 53 | 1.6 | 1.45 | 640 | [22] |
| *Ramie* | 325 - 917 | 32 - 63 | 1,5 – 2,3 | 1,5 | 216 - 611 | [23] |
| *Sisal* | 337 -413 | 7,3 – 10 | 5,2 | 0,83 | 545 | [24] |
| *Coton* | 287 - 597 | 5,5 – 12,6 | 7-8 | 1,5 | 191 - 398 | [25] |
| *Verre* | 2000 – 3500 | 70 | 2,5 | 2,5 | 800 - 1400 | [21] |
| *Carbone* | 4000 | 230 – 400 | 1,4 – 1,8 | 1,4 | 2860 | [21] |

Par ailleurs, le coût énergétique pour la production des fibres naturelles, ainsi que les composites à base de ces fibres, est sensiblement inférieur à celui des fibres synthétiques (Tableau 1.3 et Figure 1.3), ce qui leur rend un avantage écologique important [26].

*Tableau 1.3 : Coût énergétique pour des matériaux souvent utilisés* [27]

| Nom | Cout énergétique |
|---|---|
| | $[MJ/kg]$ |
| *Résine époxyde* | 76-80 |
| *Résine polyester* | 63-78 |
| *Fibre de verre* | 13-32 |
| *Fibre de Carbone* | 183-286 |
| *Acier* | 30-60 |
| *Aluminium* | 196-257 |
| *Fonte* | 60-260 |
| *Fibre de lin* | 6.5 |

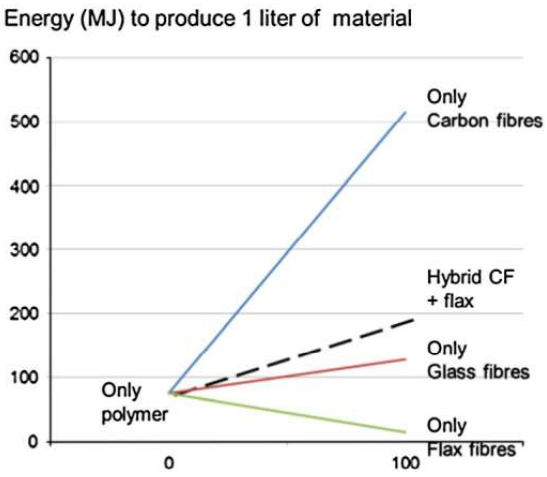



*Figure 1.3 : Cout énergétique d'un volume d'un litre de matériau* [28]

Au niveau économique, les fibres végétales ont des prix compétitives, similaires à ceux de verre, comme on peut voir dans le Tableau 1.4. Cependant, les études du marché, montrent qu'elles représentent des pourcentages très réduites de la consommation de renforts [29].

*Tableau 1.4 : Prix des fibres de renfort* [30–32]

| Fibre | Prix $[€/kg]$ | Production en 2002 $[10^3T/an]$ |
|---|---|---|
| *Lin* | 2,7 | 750 |
| *Chanvre* | 1,35 | 78 |
| *Jute* | 0,8 | 3200 |
| *Cotton* | 1,92 | - |
| *Verre* | 1,75 | 220 |
| *Carbonne* | 30 | 17 |

Bien que l'idée des matériaux biosourcées date depuis plusieurs décennies, des freins technologiques et globales ont ralenti leur développement [33]. Ces dernières années, l'utilisation des composites à fibres naturelles pour des applications structurales fait l'objet de nombreux recherches [34]. Du fait de leur microstructure interne, leur comportement macroscopique est plus complexe que celui des fibres synthétiques. Cela rend plus difficile la modélisation du comportement de structures constituées à partir de ces composites. Par ailleurs, les fibres végétales, du fait de leur hydrophilie, sont sensibles aux variations d'humidité, mais aussi à la température et aux UV. Il est donc nécessaire de connaitre l'influence de ces paramètres sur le comportement des composites et sur leur tenue dans le temps.

Après ses considérations générales sur les fibres végétales et leur utilisation dans les composites structuraux, nous allons nous intéresser aux fibres de lin et aux composites les utilisant. Parmi les fibres végétales, les fibres de lin ont des propriétés spécifiques parmi les plus élevées.

Les arguments que l'on peut tirer en utilisant la fibre de lin sont sa faible nuisance sur l'environnement et ses propriétés mécaniques. De plus, il y a d'autres aspects positifs qui lui sont attribués, parmi lesquels on peut citer :

- La fibre de lin n'est pas abrasive pour les outils et les débris d'usinage ne sont pas toxiques [29];
- Faible coût de production de la matière première [35] ;
- Procédure de fabrication non toxique [36].

Par rapport aux polluants, plusieurs auteurs [27, 37, 38] concluent que les renforts d'origine végétale (fibre de lin inclue) sont attractifs sur tous les niveaux, sauf sur l'apparition de l'eutrophication du terrain cultivé, un phénomène qui est produit principalement par l'utilisation des fertilisants. Bien que la plante de lin ne les nécessite pas en grande quantité, sur des cultures de grandes dimensions les fertilisants peuvent devenir un problème important.

Les points faibles de la fibre de lin viennent de son origine végétale. A part la dispersion significative des propriétés, qu'on va détailler dans le paragraphes suivants, d'autres verrous s'avèrent d'être la nature hydrophile de la fibre et les températures faibles qu'elles peut soutenir, inférieures à  200°C [21].

Le fait que la fibre soit hydrophile peut entrainer, soit au gonflement des fibres (par l'absorption d'eau) [39], soit au séchage des fibres [40]. Les deux effets sont à éviter dans un composite car cette variation amène des perturbations au niveau de l'interface fibre-matrice sous forme de ruptures de matrice ou des décohésions ou dans la bio-composition de la fibre [41–45]. Comme solution, Charlet et al. proposent un traitement de fluorisation des fibres avant imprégnation [86].

Suite à ces informations sur la fibre de lin, on peut conclure qu'un matériau composite à base de ce renfort agrosourcé présente un grand potentiel, spécialement en ce qui concerne des structures légères.

## 1.3 Fibres de lin et applications structurales

La fibre de lin est un matériau dont l'utilisation remonte à l'âge de pierre, avec les premières traces datant de 30.000 av. JC, quand les hommes ont commencé à l'utiliser dans la fabrication de textile ou de certains objets comme des paniers [46]. L'utilisation dans la fabrication de tissu a perduré jusqu'à nos jours, en bénéficiant de l'amélioration des techniques de production.

L'utilisation de fibres de lin comme fibres de renfort dans un matériau composite est plus récente, avec l'industrie européenne de l'automobile étant le promoteur depuis les années 1990 [47–49].

Dans le commerce, les renforts à base de fibre de lin se trouvent sous trois formes principales (Figure 1.4) : mat de lin (a), renfort de fibres unidirectionnelles (b) ou renfort tissé (c).



*Figure 1.4 : Formes commerciales de différents renforts de fibres de lin pour composites : a) mat de fibres* [18]*; b) renfort unidirectionnel* [50] *; c) renfort tissé* [51]

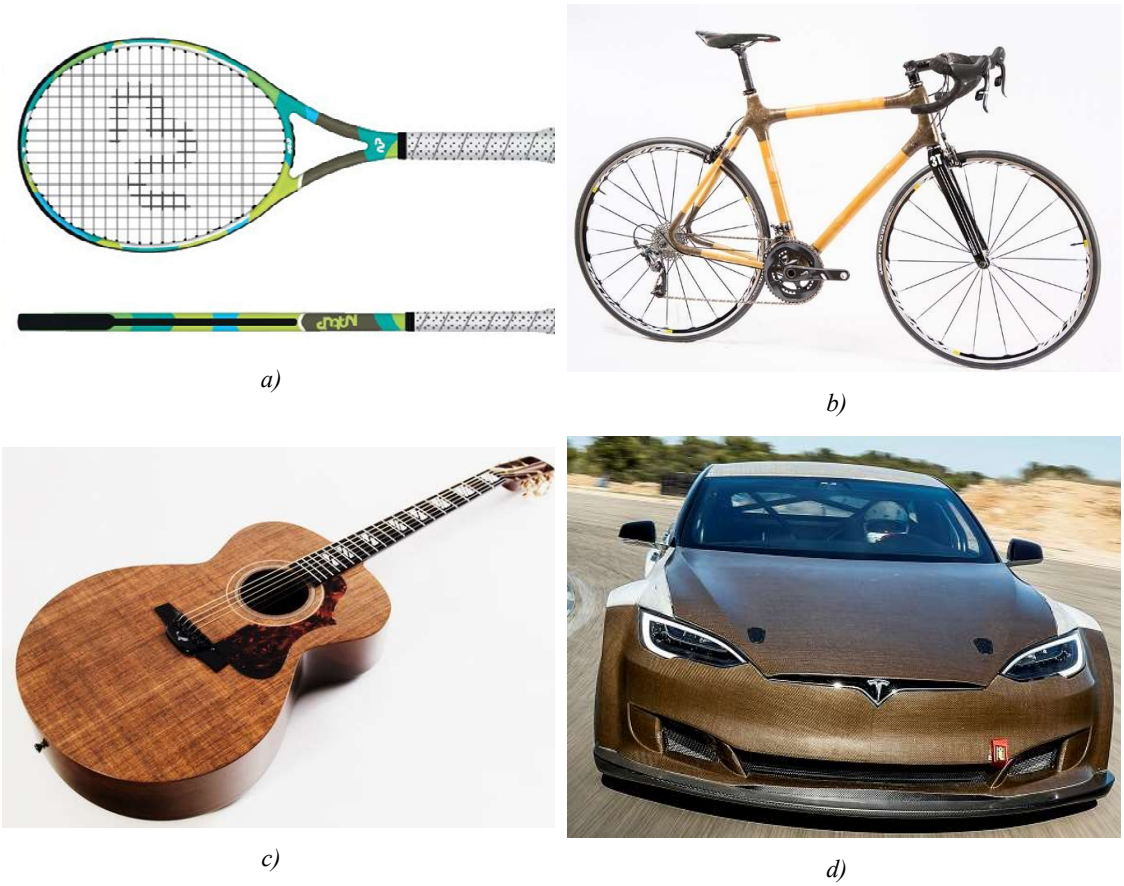
Les démarches actuelles sont concentrées vers l'analyse des propriétés mécaniques induites, ainsi que leur durabilité. La nature végétale rend difficile cette tâche car les valeurs des propriétés mécaniques sont souvent fort dispersées. Cette variabilité est clairement identifiée dans la littérature scientifique, notamment par la très large palette de résultats obtenus par de nombreux auteurs (Tableau 1.5).

Cela nécessite la levée de plusieurs verrous scientifiques sur la fabrication du matériau.

*Tableau 1.5 : Propriétés mécaniques des fibres élémentaires de lin*

| Source | Module d'Young | Limite à la rupture | Densité |
|---|---|---|---|
| | $[GPa]$ | $[MPa]$ | $[g/cm^3]$ |
| [52] | 60-80 | 780–1500 | - |
| [53] | 50-70 | 500-900 | 1,4 – 1,5 |
| [54] | 100 | 1100 | 1,5 |

Aujourd'hui, des applications structurales ou semi-structurales existent Figure 1.5. On peut citer des exemples qui montrent le succès de l'utilisation de composites à fibres de lin dans la fabrication de matériels sportifs (ski, raquettes de tennis, cadre de vélo, …), d'instruments et de matériels musicaux (guitare, haut-parleur, …), ou dans le domaine des transports (par exemple planche arrière de voiture) [28, 55]. Certaines de ces applications font appel aux propriétés d'amortissement des composites biosourcés supérieures à celles des composites à base de fibres synthétiques.



*a)* *b)* *c)* *d)*

*Figure 1.5 : Exemples d'utilisation de la fibre de lin : a) raquette de tennis par Natup* [56]*, cadre de vélo lin-bambou par IBNO* [57] *; c) la guitare El Capitan par Blackbird* [58]*, d) Voiture électrique Tesla P100DL* [59]

L'aspect écologique est le principal facteur de promotion de la fibre qui se transpose aussi sur le matériau composite final. Duflou et.al. [60] présentent dans leur étude, qui concerne l'impact environnemental des composites, des cas de l'industrie où le renfort synthétique a été remplacé par un renfort d'origine végétale. Ainsi, dans le cas d'une pale de rotor, initialement à renfort de fibre de verre, le coût énergétique diminue de 50% avec le changement à fibre de lin. Une diminution de ces coûts a été obtenue aussi dans le cas d'un panneau sous la carrosserie. Des structures pour lesquelles les chargements subis en service sont plus sévères ont également été proposées. Shah et al. [61] ont analysé l'utilisation d'un composite à base de fibre de lin pour la fabrication de la coque d'une pale de générateur éolien de basse puissance. Ces structures sont couramment fabriquées en composites à base de fibre de verre. Ainsi, ils ont testé deux pales avec les coques obtenues de ces deux types de matériaux, selon les normes BS-EN 61400-2:2006 ([62]) et BS-EN 61400-23:2002 ([63]). Les tests consistent en des essais de flexion, simulant l'action de la force du vent. Les auteurs ont suivi la résistance et la déflexion de la structure dans des conditions météorologiques normales, extrêmes et à la limite de rupture.

Les tests sur les deux pales ont montré que, bien que celle fabriqué en composite à base de fibre de verre présente les meilleures caractéristiques de résistance mécanique et de raideur, celle à base de fibres végétales passe également les deux normes et peut, donc, être utilisée avec succès dans cette application. Les exemples précédents relèvent aussi que les composites à base de fibre de lin sont souvent comparés avec ceux de fibre de verre. Le fait est que l'industrie essaye de se diriger vers des matériaux plus respectueux de l'environnement.

L'utilisation de composites à base de fibres de lin est toutefois encore limitée par plusieurs facteurs, notamment la compréhension du comportement de ces matériaux à long terme, qu'il s'agisse du vieillissement hygrothermique ou du comportement en fatigue [64] et en fluage.

## 1.4 De la plante de lin à la fibre de lin

Les matériaux composites biosourcés sont constitués de renforts d'origine végétale comme les fibres de lin et d'une matrice organique qui peut être une résine thermodure (époxy ou polyester par exemple) ou un polymère thermoplastique (polypropylène, polyamide, PLA, …). Afin de mieux comprendre le comportement de ce type de composites, nous allons tout d'abord décrire les propriétés de ses constituants. Dans une deuxième partie, nous décrirons le comportement des composites dont le renfort est constitué de fibres de lin. Nous nous

intéresserons également à l'interface entre fibres et matrice, qui pose problème du fait du caractère souvent hydrophobe de la matrice.

### 1.4.1 Production de la fibre

La fibre utilisée comme renfort est obtenue à partir de la plante de lin (*Linum usitatissimum*). Elle est une plante annuelle aux fleurs bleues cultivée dans les zones tempérées, pouvant atteindre une hauteur d'environ un mètre (Figure 1.6). C'est une plante à croissance rapide, qui ne nécessite pas d'engrais ou de fertilisant et qui offre un rendement élevé.

Elle est valorisée pour ses fibres dans la fabrication des textiles, mais aussi pour ses graines, en médicine comme éléments nutritifs, ou même en peinture, par l'extraction d'huile siccative. Selon l'organisation des Nations Unies pour l'Alimentation et l'Agriculture [65], la France est le plus grand cultivateur mondial, avec une moyenne de 460 milliers de tonnes, pour la période de 1993-2016 (Figure 1.7). Malheureusement, en Roumanie, cette culture n'est plus que de 241 tonnes, en 2015 (selon [65]), depuis que la demande dans la fabrication de textiles a diminué face à l'augmentation de l'utilisation des autres types de fibres.

Contrairement aux fibres synthétiques, qui ont une structure interne homogène, les fibres végétales présentent une microstructure complexe.

Une fibre de lin, ou *fibre technique* est obtenue par la séparation partielle des fasceaux de fibre situés à la périphérie de la tige [45]. Elle est composée de plusieurs *fibres élémentaires* collées par une couche de pectine [66] Figure 1.8. Due à cette structure « cellulaire », sa géométrie est complexe et quasi-aléatoire [67].



*Figure 1.6 : La plante de lin*

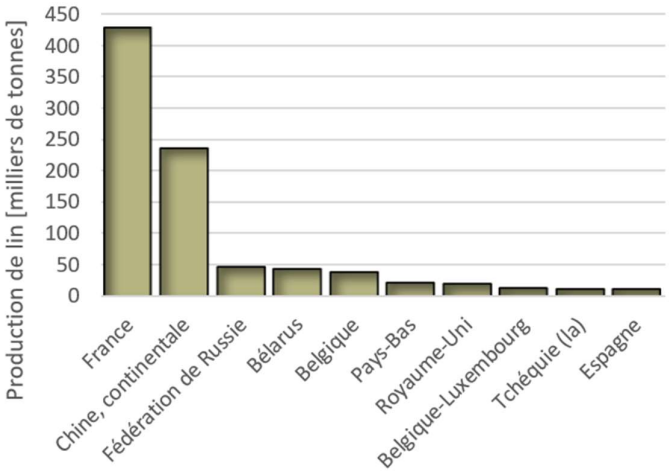



*Figure 1.7 : Production des principaux pays cultivateurs de lin, moyenne annuelle pour la période 1993 – 2016* [65]

### 1.4.2 Microstructure

La fibre élémentaire a une longueur entre 2 et 5 cm et une section polygonale arrondie, approximée a une forme axial symétrique, de diamètre entre 10 et 20 µm, Figure 1.9. Sa structure est hiérarchisée, comme on peut voir dans la Figure 1.8 : une *paroi primaire* à rôle de protection, *une paroi secondaire* à trois couches, à rôle structurel et un vide appelé lumen [45].

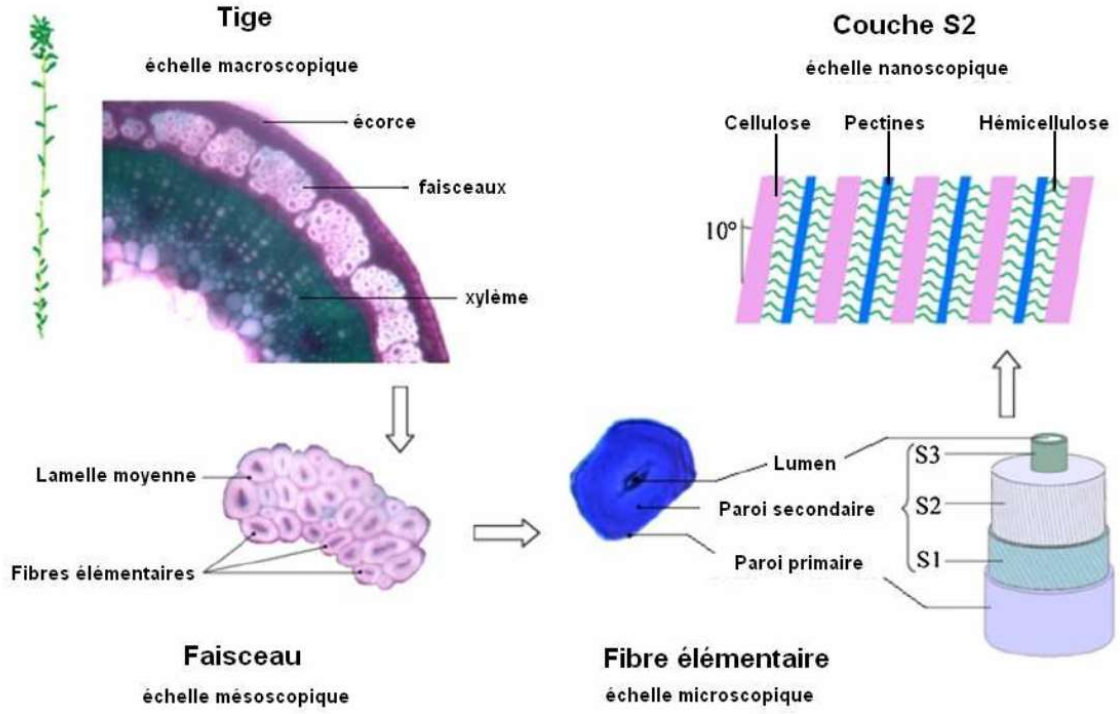



*Figure 1.8 : Fibre de lin de l'échelle macroscopique à l'échelle nanoscopique* [68]

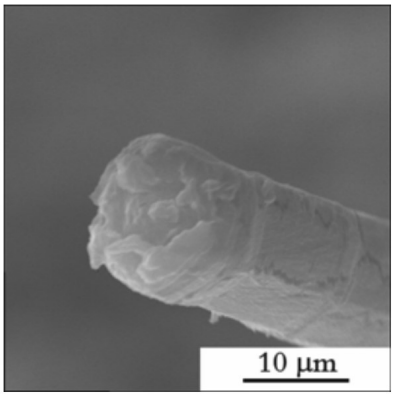



*Figure 1.9 : Fibre élémentaire de lin* [53]

La couche secondaire, S2 représente approximatif 80% de la section et elle est constitué de microfibrilles de cellulose cristallisée, enroulées dans une matrice de polymères amorphes, d'hémicellulose et de lignine [21, 69]. L'angle de ces microfibrilles (angle

fibrillaire) est d'approximatif 10°. Cette organisation est analogue aux matériaux composites modernes à matrice polymérique.

La composition biochimique des fibres de lin est résumée dans le Tableau 1.6, selon plusieurs sources.

*Tableau 1.6 : Bio-composition de la fibre de lin* [70–73]

| Cellulose | Hémicellulose | Pectine | Lignine | Cires | Eau | Autres |
|---|---|---|---|---|---|---|
| [%] | [%] | [%] | [%] | [%] | [%] | [%] |
| 64-79 | 11-17 | 2-3 | 2-4 | 1.5 | 8-10 | 0.5-7* |

**La source* [73] *inclut la pectine et les cires dans « Autres »*

La quantité de chaque composant dépend d'une large palette de facteurs, tel que de la variété de fibre considérée, les conditions climatiques durant la maturation de la plante, la position de la fibre dans la tige, les procédures d'extraction de la fibre de la tige, les traitements chimiques, la procédure de détermination des constituants [32, 70, 74]… Ces facteurs d'influence expliquent la grande variation de la composition biochimique.

### 1.4.3 Propriétés mécaniques

Le comportement mécanique des fibres élémentaires est complexe, avec même la courbe caractéristique variant d'un échantillon à l'autre. Bien que la plupart d'études rapportent des réponses bilinéaires ou trilinéaires [75, 76], Lefeuvre [77] et Gourier [78] montrent l'existence du comportement linéaire aussi et la prédominance de celui trilinéaire, Figure 1.10.

Les fibres de lin, comme les autres fibres naturelles, présentent une variabilité importante des propriétés mécaniques en fonction de paramètres externes comme les conditions climatiques, l'âge de la plante, la région de culture… Lawther [79] et Célino [21] attribuent cette dispersion à la nature des fibres (la teneur en cellulose, l'arrangement des microfibrilles, le diamètre de la fibre, la présence des défauts et la teneur en eau dans les fibres) mais aussi à des facteurs externes comme, par exemple, la température ambiante. Sparnins [53] montre une influence de la longueur de la fibre élémentaire et Charlet [80] montre l'influence de la position de la fibre dans la tige de lin. Cet effet de dispersion est réduit en faisant appel à un mélange de fibres issues de plusieurs récoltes pour la fabrication des renforts [29].

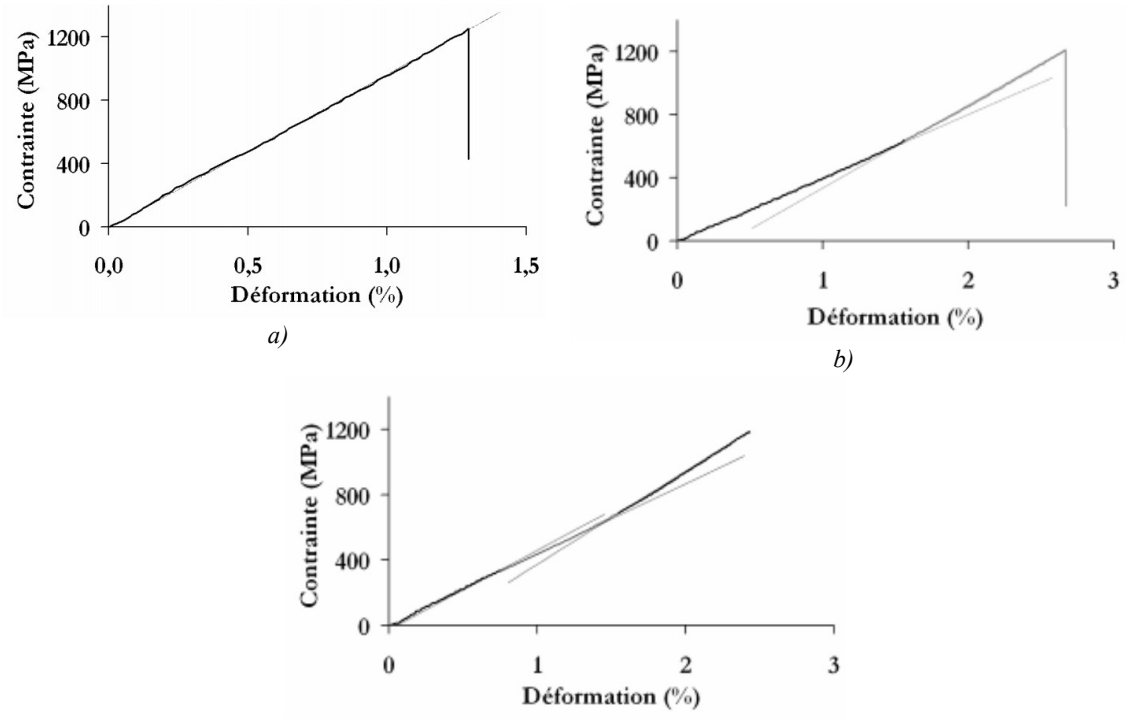



*Figure 1.10 : Courbes caractéristiques obtenues pour les fibres de lin : a) évolution linéaire ; b) évolution bilinéaire ; c) évolution trilinéaire* [32]

### 1.4.4 Mécanismes liés au comportement des fibres

Plusieurs mécanismes sont impliqués, le principal étant l'arrangement des microfibrilles de cellulose de la fibre de lin sous sollicitation et l'influence sur la structure de la fibre. En effet, il a été théorisé dans les années 1941, par Bossuyt [81], que les microfibrilles de cellulose ont une déformation similaire à un ressort hélicoïdale. Cette théorie a été développée jusqu'à nos jours pour par l'identification d'autres mécanismes [82]. La première portion de la courbe est dominée par un chargement global de la fibre alors que la deuxième, par une réduction de l'angle fibrillaire et une réorientation des fibrilles selon l'axe de chargement. Durant cette phase, les fibrilles sont sollicitées en flexion et torsion alors que la matrice fait preuve de chargement en cisaillement. Cette réorientation produit, en même temps, une réduction du volume interfibrillaire.

La troisième portion, qui montre une rigidification, est causée par le « déroulement » complète des fibrilles (qui sont soumises à des sollicitations axiales) et la sollicitation en cisaillement de la matrice de polymères amorphes.

Les mécanismes sont activés par des différents niveaux de contrainte qui varient d'une fibre à l'autre.

Ce type de réponse est associé à un comportement visco-élastoplastique, lié au réarrangement des microfibrilles et au comportement visqueux des polymères amorphes [82].

En effet, les courbes de charge-décharge font preuve d'hystérésis, comme Charlet montre [32], associé à un comportement viscoélastique. Des résultats similaires ont été remarques par la méthode de nano-indentation et par des essais de relaxation, par Keryvin, Figure 1.11 [83].

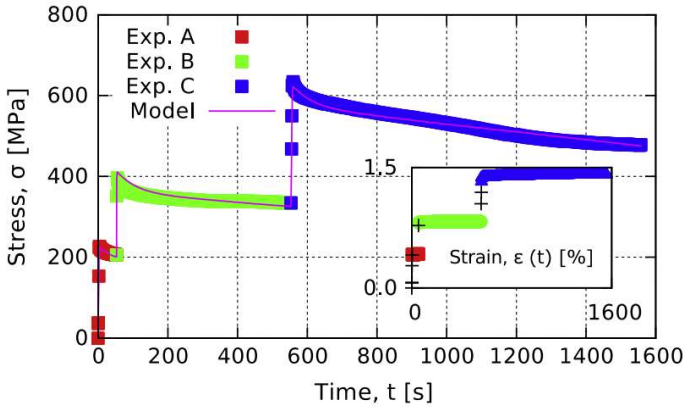



*Figure 1.11 : Essai de relaxation sur la fibre élémentaire de lin*

## 1.5 Résine époxyde

Dans cette partie, nous étudions le second constituant d'un composite, à savoir le polymère utilisé comme matrice. Le rôle de la matrice est d'assurer la cohésion du matériau, de transférer les charges mécaniques au renfort fibreux et de protéger les fibres. Ces polymères peuvent être thermodurs ou thermoplastiques. Les polymères thermodurs, non-fusibles, présentent une meilleure stabilité thermique, ainsi que des propriétés mécaniques souvent supérieures aux thermoplastiques. Les thermoplastiques ont une meilleure résistance à l'impact. Par ailleurs, étant fusibles, ils peuvent être recyclés. Les temps de fabrication des composites à matrice thermoplastique sont généralement plus courts que ceux à matrice thermodure, car il n'y a pas de réticulation de la matrice [84]. Nous avons restreint notre recherche bibliographique aux résines époxy, qui sont des polymères thermodurs et seront utilisées dans le matériau de l'étude.

L'époxy est une résine thermodure très utilisée dans l'industrie, comme adhésive structural, dans le revêtement des sols, protection des surfaces [85]… On retrouve également cette résine dans la fabrication de composites à fibres de verre ou de carbone, pour des applications en aéronautique, par exemple.

L'époxy est une résine bi-composante. Elle est obtenue par la polymérisation de monomère contenant des groupes époxydes et d'un durcisseur qui va permettre, sous l'action de la chaleur, la réticulation de la résine.

Le rôle de protection des fibres contre les agressions du milieu environnant impose certaines propriétés de la matrice.

La protection contre l'humidité externe est spécialement importante pour un renfort agro-sourcé qui peut se dégrader à cause de l'absorption d'eau. L'étude de Nogueira [86] montre que la résine époxyde arrive à une saturation du contenu en eau d'environs 4-5 % de son volume, contenu qui peut être soit libre, dans les espaces vides de la matrice, soit lié avec le polymère (les groupements hydrophiles du polymère).

Du point de vue des propriétés mécaniques, par rapport aux matériaux de renfort, les valeurs sont plus faibles. Elles dépendent fortement de la nature des composants utilisés pour la résine, de la proportion de durcisseur et du cycle de cuisson. Dans le Tableau 1.7, les propriétés mécaniques de certaines résines époxy sont données.

*Tableau 1.7 : Propriétés mécaniques pour de résines époxy*

| Formulation de la résine | Contrainte de rupture | Module d'Young | Elongation à la rupture | Source |
|---|---|---|---|---|
| | [MPa] | [MPa] | [%] | |
| *MY 720 + EPN 1138, Durcisseur DDS* | 64 | 1500 | 6.3 | [86] |
| *Epon 9500+ Epicure 9550* | 58 | 3041 | 3.9 | [87] |
| *Araldite Gy 250 + Hy 906* | 79 | 1913 | 3.1 | [88] |
| *SR 8200 + SD 8605* | 82 | 3500 | 3.5 | [89] |
| *L135i + H137i* | 64 | 2599 | - | [90] |

Le module de Young est en général compris entre 1 et 3 GPa, et la résistance mécanique inférieure à 90 MPa.

A part l'attractivité de cette résine, due à sa disponibilité et ses propriétés mécaniques, un autre aspect concerne sa température de réticulation. Les fabricants proposent, selon la recette, des cycles de cuisson à des températures entre 20°C et 150°C (qui sont complémentés par des durées de cuisson entre 48 h et 15 min), qui fait que ce type de résine soit compatible avec les fibres de lin [89, 91, 92].

Zhu et al [87] proposent des alternatives biosourcés pour les résines synthétiques. Dans leur étude, ils utilisent trois formules de résine époxyde, à base d'huile de soja. Ils

montrent qu'un mélange résine époxyde synthétique et 20% résine de soja, peut augmenter d'une manière importante les propriétés mécaniques. Ils obtiennent une augmentation de la résistance à rupture de 10% pour cette formulation, par rapport à la résine époxyde commerciale étudiée. Ce résultat est similaire à celui de Ferdosian et al. [93], qui ont montré des bonnes propriétés des composites à matrice époxy hybride (synthétique et à base de lignine) et fibre de verre pour des pourcentages inférieurs à 50% de résine verte.

Amiri et al [94] ont comparé un composite à matrice verte (de type époxy) à un composite à résine synthétique (vinyle ester). Ils ont obtenu, pour le composite à matrice verte, des limites à rupture d'approximatif 60% inferieures par rapport à celle synthétique et des modules d'élasticité comparables.

Ces résultats montrent l'intérêt pour des matériaux 100 % biosourcés, mais la technologie nécessite une maturation avant d'être utilisée à grande échelle.

Dans la suite, nous nous intéressons au comportement de composites lin/époxy.

## 1.6 Les composites lin/époxy

Le comportement d'un composite dépend de plusieurs facteurs : la nature des fibres et de la matrice, l'organisation du renfort (fibres courtes, unidirectionnel, tissé), les taux de fibres et de porosité, la qualité des interfaces fibres/matrice, le procédé de fabrication… Dans cette partie, on s'intéressera aux composites renforcés par des fibres végétales, en particulier les fibres de lin. Le Tableau 1.8 présente certaines propriétés mécaniques de différents composites renforcés par des fibres naturelles unidirectionnelles. On voit que les composites à fibres de lin ont les propriétés mécaniques les plus élevées, bien que le taux de renfort varie significativement, de 30% à 80%. Ces propriétés sont plus élevées pour les composites à matrices thermodurs que thermoplastiques. Le comportement complexe des fibres produit des effets sur les composites qui les contiennent. Plusieurs études ont montré une évolution bilinéaire des courbes caractéristiques des composites à renfort de lin dans la direction longitudinale [95–97].

Ces courbes caractéristiques bilinéaires ont été enregistrées pour des composites à des différentes matrices, tel que l'époxy [97] ou le polyester [98], qui confirme que la fibre est à l'origine de ce comportement. Par conséquent, pour l'évaluation du matériau, une série de procédures spécifiques ont été développées, non-normées (jusqu'à présent). Ces procédures impliquent, à part la détermination des éléments normés (tel que la contrainte à rupture,

coefficient du Poisson…), le calcul d'un module d'élasticité pour chacune des portions de la courbe, E1 et E2, ainsi qu'un point de transition, appelé « coude ».

*Tableau 1.8 : Propriétés mécaniques pour quelques composites renforcés par des fibres végétales*

| Composite | $\sigma_R$ | E | $\varepsilon_R$ | Taux volumique de fibre | Source |
|---|---|---|---|---|---|
| | $[MPa]$ | $[GPa]$ | [%] | [%] | |
| *Lin / Ampreg 20* | 249 ± 25 | 23.3 ± 3,3 | - | 30 | [48] |
| *Lin / Ampreg 26* | 378,3 | 25,97 | 1,63 | 80 | [99] |
| *Lin / Axson 2020* | 328 ± 18 | 22,5 ± 1,51 | 1,6 ± 0,2 | 40,4±1,2 | [40] |
| *Lin / Polypropylène* | 212 ± 14 | 23 ± 1.8 | 1.44 | 31.8 | [98] |
| *Lin / Polyester* | 304 ± 29 | 30 ± 1.8 | 1.7 ± 0.1 | 57.6 | [98] |
| *Bambou / Résine époxyde* | 86 - 165 | 3 – 15 | 1,7 – 2,2 | 65 | [100] |
| *Chanvre / Résine R180* | 165 | 17 | - | 65 | [101] |
| *Jute / Epikote 828Lvel* | 112,69 | 14,59 | 0,82 | 25 | [102] |

Bien que l'évolution bilinéaire soit prépondérante pour les composites à renfort de lin, dans certaines conditions (tel que des vitesses de chargement faibles, température ou humidité élevées), une évolution trilinéaire a été aussi rapportée, Figure 1.12.

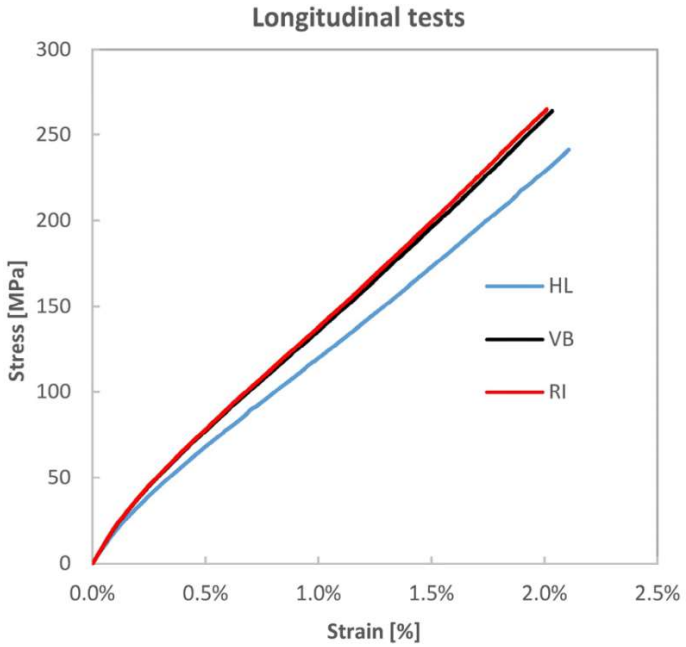



*Figure 1.12 : Courbes de traction pour trois procédures de fabrication : Imprégnation manuelle (HL), fabrication sous vide (VB), infusion de résine (RI)* [95]

Scida [103] a obtenu une telle courbe caractéristique dans ses essais sur des composites fibre de lin – résine époxy soumises à un conditionnement hygroscopique, Figure

1.13. Il a été théorisé que ce comportement est dicté par le réarrangement des microfibrilles, similaire au comportement des fibres élémentaires et un mécanisme de plastification de la matrice. Il est possible que, pour les composites qui font preuve d'une courbe bilinéaire, la rupture survienne avant que le réarrangement micro-fibrillaire soit terminé.

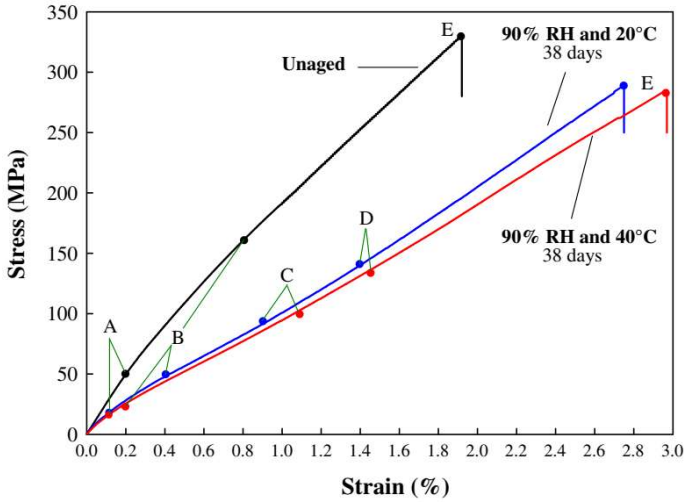
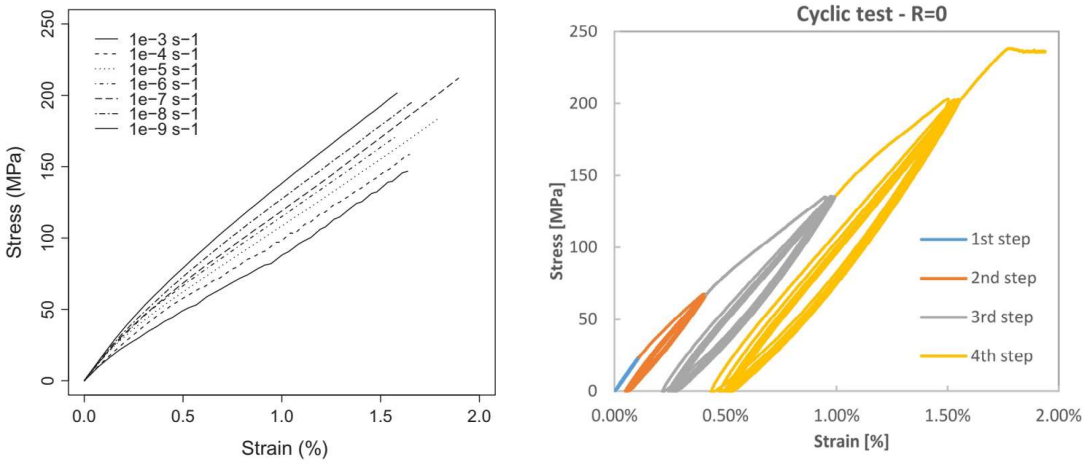



*Figure 1.13 : Influence de l'humidité sur la courbe caractéristique des composites à renfort de lin [103]*

Les tests de traction à différentes vitesses de chargement ont montré un effet de rigidification sur les courbes caractéristiques obtenues, dépendante de la vitesse [104], Figure 1.14 a. Ces résultats ont mené ver l'hypothèse d'un comportement visqueux du composite.

Plus élaborées sont les résultats obtenus par des essais cyclés de charge-décharge. Pitarresi [95] montre sur les courbes déformation contrainte l'existence d'un hystérésis et des déformations plastiques, Figure 1.14 b. Ces résultats ont été associées à un comportement viscoélastique et viscoplastique, respectivement.




*a)* *b)*

*Figure 1.14 : Résultats pour : a) vitesses différentes de chargement [104]; b) charge-décharge* [95]

Pitarresi [95] montre également une augmentation de la contrainte de coude après ces essais. Par ailleurs, si le matériau est laissé à recouvrir, il revient à son comportement de début. Ces résultats renforcent l'hypothèse du comportement viscoélastique.

Un type d'essais qui met spécialement en évidence le comportement en temps est celui de fluage. Peu d'études ont été trouvés à ce sujet, notamment due aux longues durées nécessaires. Ceux trouvés, traitent plutôt les composites à renfort court [105–107]. Néanmoins, les résultats de la littérature de spécialité font preuve d'une déformation en temps, spécifique au comportement visqueux.

Pour les composites lin-époxy à fibre longue, l'auteur a fait une série d'essais de fluage-recouvrance, qui précédent ce travail, qui ont fait preuve de déformations à la fois élastiques et plastiques dépendantes du temps [108].

A part l'aspect écologique, le point fort principal des matériaux biosourcés en général, les composites à renfort de fibre de lin ont fait aussi preuve des bonnes propriétés d'amortissement d'énergie, qui sont liées à leur comportement viscoélastique.

L'absorption d'énergie sous forme de vibrations des composites à renfort fibre de lin a été le sujet de nombreuses études, telles que celui de Belaïd et al. [109], de Prabhakaran [110] ou de LeGuen [111], Figure 1.15.

L'aspect de l'amortissement d'énergie sous forme d'impact a été présenté dans des travaux tels que celui de Santulli [112], Meredith [113], Flyin [114] ou Yan [115] avec la conclusion qu'un composite en fibre de lin peut avoir des propriétés d'absorption d'énergie importantes, Figure 1.16.

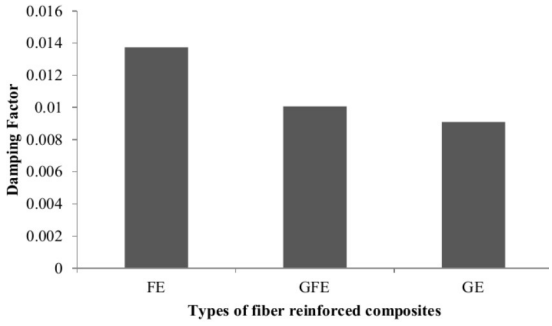



*Figure 1.15 : Coefficient d'amortissement pour différents composites : FE – lin-époxy ; GFE verre-lin-époxy, GE – verre époxy* [110]

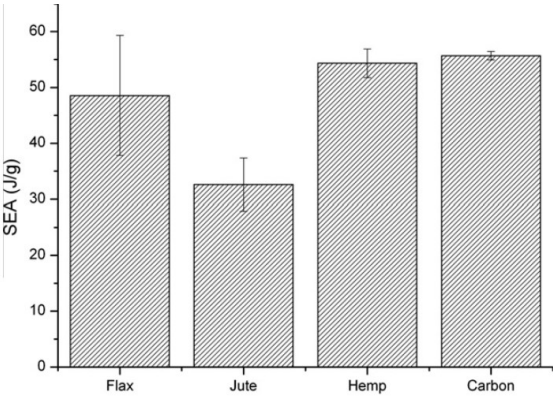



*Figure 1.16 : Energie spécifique absorbée (SEA) par rapport à différentes fibres de renfort* [113]

Dans la suite, on va aborder les modèles utilisés pour décrire ce comportement visqueux, pour les matériaux composites en général et les propositions actuelles pour les composites à fibre de lin.

## 1.7 Viscoélasticité

D'une manière générale, le terme de viscoélasticité fait référence au comportement rhéologique d'un matériau dont la réponse à une sollicitation comporte une partie instantanée et une partie différée. Ainsi, lors d'un essai de fluage, par exemple (Figure 1.17), le matériau va se déformer instantanément, puis cette déformation va croitre tant que la charge est maintenue [116]. Ce type de comportement est, généralement, produit par les réarrangements microstructuraux du matériau.

Par ailleurs, des déformations non-recouvrables peuvent également apparaître, dépendante du niveau de contrainte et de la durée d'application de la charge.

Dans la partie suivante, nous allons décrire différents modèles proposés pour représenter ce comportement viscoélastique.

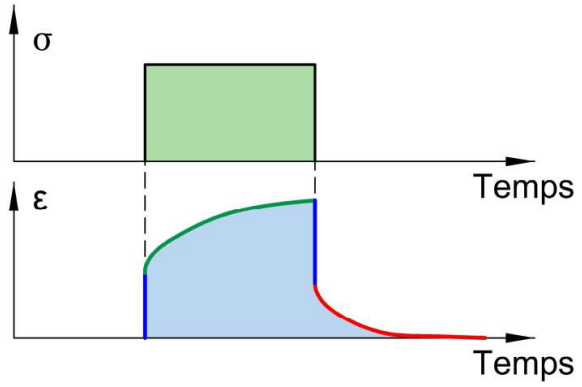



*Figure 1.17: Schéma d'un comportement viscoélastique en fluage*

### 1.7.1 Viscoélasticité linéaire

Dans un premier temps, nous nous intéressons au comportement viscoélastique linéaire. Cela signifie que la déformation différée est proportionnelle à la contrainte appliquée.

Ce type de comportement peut être représenté par des modèles rhéologiques.

Les modèles rhéologiques sont construits à partir d'assemblages de ressorts et d'amortisseurs, montés en série et/ou parallèle. Un ressort est caractérisé par une rigidité (ou module d'élasticité, noté E) et l'amortisseur par une viscosité (notée η).

Ainsi, on peut parler de modèles de viscoélasticité de base, formés de deux composants, ressort et amortisseur : celui du Maxwell (Figure 1.18, a) : un ressort à rigidité E, avec un amortisseur à coefficient d'amortissement $\eta$, assemblés en série) et celui de Kelvin-Voigt (Figure 1.18, b) : un ressort, E avec un amortisseur, $\eta$, assemblés en parallèle,).




*a)* *b)*

*Figure 1.18 : Les modèles rhéologiques de Maxwell (a) et de Kelvin-Voigt (b)*

A partir de ces modèles, on peut obtenir une loi de comportement sous forme d'équation différentielle. Cette dernière peut être résolue pour différents cas de charge, comme un essai de fluage ou de relaxation.

Pour un ressort, l'équation constitutive est :

$$\sigma_r = E\varepsilon_r \tag{1.1}$$

Avec

$\sigma_r$ - contrainte du ressort ;

$\varepsilon_r$ – déformation du ressort.

Pour un amortisseur on a :

$$\sigma_a = \eta\dot{\varepsilon_a} \tag{1.2}$$

Où :

$\sigma_a$ - contrainte dans l'amortisseur ;

$\dot{\varepsilon_a}$ – dérivée par rapport au temps de la déformation.

Dans le modèle de Maxwell, avec les éléments en série, on a :

$\sigma = \sigma_r = \sigma_a$ et $\varepsilon = \varepsilon_r + \varepsilon_a$, ainsi que

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon_r} + \dot{\varepsilon_a} = \frac{\dot{\sigma_r}}{E_r} + \frac{\sigma_a}{\eta} = \frac{\dot{\sigma}}{E_r} + \frac{\sigma}{\eta} \tag{1.3}$$

Où :

$\sigma$ - contrainte totale dans le système ;

$\varepsilon$ – déformation totale ;

$\dot{\varepsilon}$ – dérivée par rapport au temps de la déformation.

L'équation (1.3) fait la liaison entre la contrainte, la déformation et leurs dérivées premières. Pour un essai en fluage, on impose la contrainte constante ($\sigma = ct$ et, donc, $\dot{\sigma} = 0$). En intégrant cette équation, on arrive à :

$$\varepsilon_{(t)} = \sigma\left(\frac{1}{\eta}t + \frac{1}{E_r}\right) \tag{1.4}$$

Par une procédure similaire, on arrive au modèle de Kelvin-Voigt. En mettant en parallèle le ressort et l'amortisseur, on a :

$$\sigma = \sigma_r + \sigma_a \text{ et } \varepsilon = \varepsilon_r = \varepsilon_a \text{ tel que } \sigma = \varepsilon_r E_r + \dot{\varepsilon_a}\eta = \varepsilon E_r + \dot{\varepsilon}\eta \tag{1.5}$$

La solution, dans le cas de la contrainte constante, est :

$$\varepsilon_{(t)} = \frac{\sigma}{E_r}\left(1 - e^{-\frac{t}{\tau}}\right) \tag{1.6}$$

Avec le temps de relaxation, $\tau = \frac{E_r}{\eta}$.

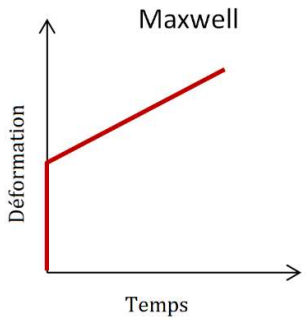



*Figure 1.19 : Modèle de Maxwell*

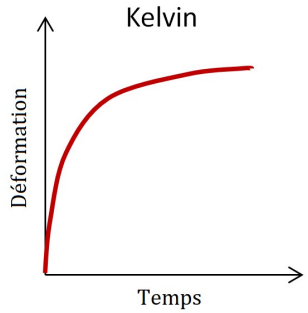



*Figure 1.20 : Modèle de Kelvin-Voigt*

Dans Figure 1.19 et 1.20 on peut suivre la forme de la déformation en temps pour un essai de fluage. Dans le premier modèle, la déformation, après une augmentation instantanée lors du chargement, évolue linéairement vers l'infini. Dans le second cas, le fluage se passe directement, à partir du chargement, pour évoluer vers une asymptote.

Pour être plus représentatif du comportement des matériaux, des modèles rhéologiques associant des éléments en série et en parallèle ont été développés, comme les modèles de Zener et de Burger.

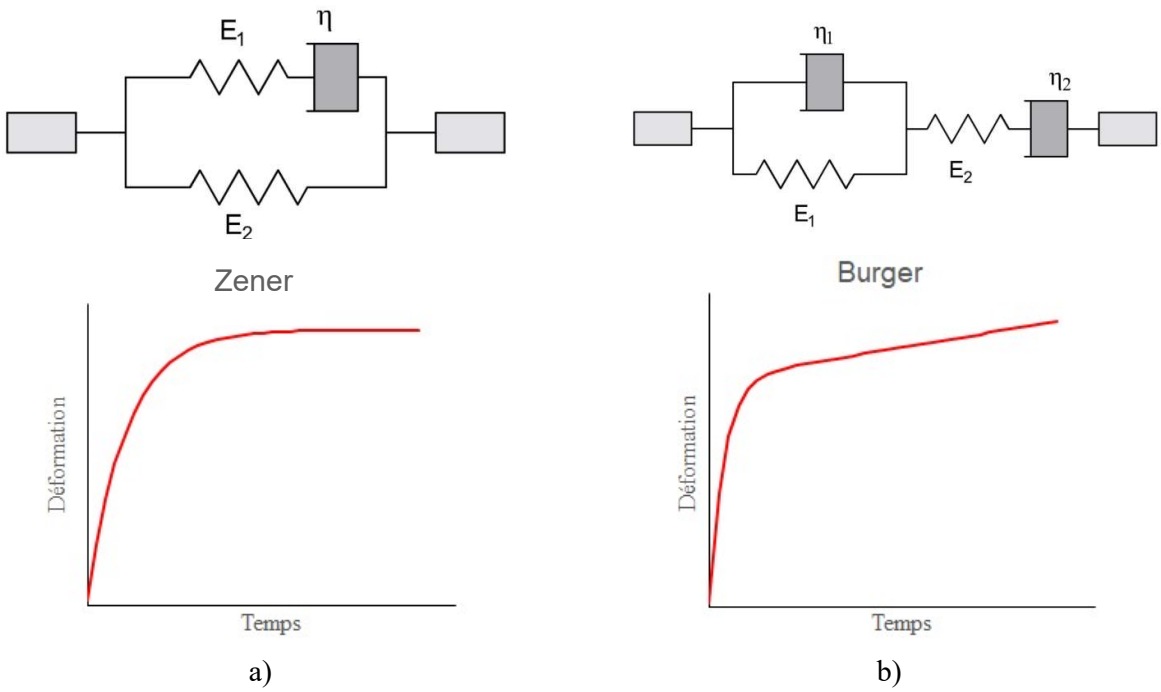
Dans le cas du modèle du modèle de Zener, on obtient la relation suivante pour décrire le comportement en fluage :

$$\varepsilon_{(t)} = \sigma\left(\frac{E_1 + E_2}{E_1 E_2} - \frac{1}{E_1} e^{-\frac{t}{\tau}}\right) \tag{1.7}$$

Dans le cas du modèle de Burger, la déformation en fluage s'exprime selon la relation :

$$\varepsilon_{(t)} = \sigma\left(\frac{E_1 + E_2}{E_1 E_2} + \frac{1}{\eta_2} t - \frac{1}{E_1} e^{-\frac{t}{\tau}}\right) \tag{1.8}$$

Les deux modèles sont schématisés dans la Figure 1.21, avec leur variation en temps.




a) b)

*Figure 1.21 : Modèles rhéologiques, équivalence rhéologique et variation en temps : a) Zener ; b) Burger*

Bien que ces modèles ont des capacités pratiques réduites, elles ont eu du succès dans les analyses vibratoires où elles sont couplées souvent avec des modèles fractionnaires [109, 117] . Ce couplage produit un module d'élasticité sous forme complexe. Il est conçu du module réel, dit de stockage (liée à la réponse instantanée du matériau) et du module imaginaire, dit de perte (liée aux propriétés d'absorption d'énergie), comme il est présenté par El-Hafidi [118] pour un couplage du modèle de Zener et celui fractionnaire utilisé dans l'étude d'un composite lin/époxy :

$$E^*(\omega) = E'(\omega) + jE^{"}(\omega) \tag{1.9}$$

avec

$\omega$ – fréquence angulaire ;

$E^*(\omega)$ – module complexe ;

$E'(\omega)$ – module de stockage ;

$E^{"}(\omega)$ – module de perte.

Une autre forme, plus simple, qui réussit à décrire avec succès un essai de fluage dans le domaine linéaire est celle exponentielle (1.10). On peut voir qu'on a seulement deux paramètres à calculer qui deviennent des propriétés de matériau. Ils sont faciles à trouver, par le passage à l'échelle logarithmique, où la fonction devient l'équation d'une droite. Elle est souvent utilisée pour des matériaux considérés *simples de point de vue rhéologique* (les paramètres ne dépendent pas des conditions d'essai tel que la température ou la contrainte), comme c'est le cas pour certains polymères [119] et même matériaux composites tel que le bois-polyéthylène [120].

$$\varepsilon_{(t)} = C \cdot \sigma \cdot (t)^n \tag{1.10}$$

Finalement, le plus complexe modèle de viscoélasticité linéaire utilisé couramment est celui de Maxwell généralisé (1.11). Du point de vue rhéologique, il est composé de « n » branches de modèles de Maxwell, montées en parallèle avec un ressort (Figure 1.22).

$$E_{(t)} = E_0 + \sum_{i=1}^{n} E_i \left(1 + \exp\left(-\frac{t}{\tau_i}\right)\right) \tag{1.11}$$

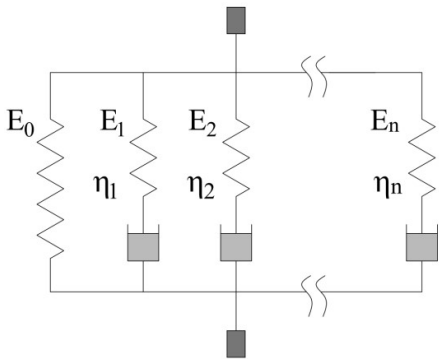



*Figure 1.22 : Le modèle de Maxwell généralisé*

Le modèle contient la partie d'élasticité instantanée, $E_0$, et la partie transitoire, composée d'une série de n termes, avec $\tau_i$, le temps de relaxation correspondant à la i$^{ème}$ branche de Maxwell. La série porte le nom de série de Prony.

Habituellement, ce modèle généralisé est utilisé pour exprimer la compliance transitoire d'un matériau, où on élimine la composante instantanée :

$$D_{(t)} = \sum_{i=1}^{n} D_i \left(1 + \exp\left(-\frac{t}{\tau_i}\right)\right) \tag{1.12}$$

Les modèles qu'on vient de présenter font la liaison entre la contrainte imposée et la déformation résultante, avec la simplification que la contrainte est maintenue constante. Afin d'arriver à une forme générale, il faut tenir compte du principe de superposition. En viscoélasticité, si l'on a deux sauts de contrainte (Figure 1.23, b), la réponse en déformation après le deuxième saut est selon l'équation :

$$\varepsilon_{(t)} = \Delta\varepsilon_{1(t)} + \Delta\varepsilon_{2(t)} = \left[D_0 + D_{(t-t_1)}\right]\Delta\sigma_{1_{(t)}} + \left[D_0 + D_{(t-t_2)}\right]\Delta\sigma_{2_{(t)}} \tag{1.13}$$

avec

- $\Delta\sigma_{1_{(t)}}$ – amplitude du premier saut de contrainte ;
- $\Delta\sigma_{2_{(t)}}$ – amplitude du deuxième saut de contrainte ;
- $t_1$ – temps du premier saut de contrainte ;
- $t_2$ – temps du deuxième saut de contrainte ;
- $\Delta\varepsilon_{1(t)}$ – déformation en fluage produite par premier saut de contrainte ;
- $\Delta\varepsilon_{2(t)}$ - déformation en fluage produite par le deuxième deux sauts de contrainte ;
- $D_0$ – compliance instantanée ;
- $D_{(t)}$ – compliance transitoire.

L'équation (1.13) est représentée graphiquement dans la Figure 1.23, c.

En mettant sous forme générale l'équation (1.13), pour n nombre de sauts de contrainte, la réponse en déformation est :

$$\varepsilon_{(t)} = \sum_{i=1}^{n} \left(D_0 + D_{(t-t_i)}\right)\Delta\sigma_{i_{(t)}} \tag{1.14}$$

Par division et multiplication avec $\Delta t$, on arrive à :

$$\varepsilon_{(t)} = \sum_{i=1}^{n} \left(D_0 + D_{(t-t_i)}\right)\frac{\Delta\sigma_{i_{(t)}}}{\Delta t}\Delta t \tag{1.15}$$

A la limite, pour $\Delta t \to 0$, la somme devient :

$$\varepsilon_{(t)} = D_0\sigma + \int_0^t \Delta D_{(t-t_i)} \frac{d\sigma_{i(t)}}{dt} dt \qquad (1.16)$$

L'intégrale s'appelle *l'intégrale de Boltzmann* et représente la réponse en déformation sous un chargement quelconque, défini dans le domaine viscoélastique linéaire.

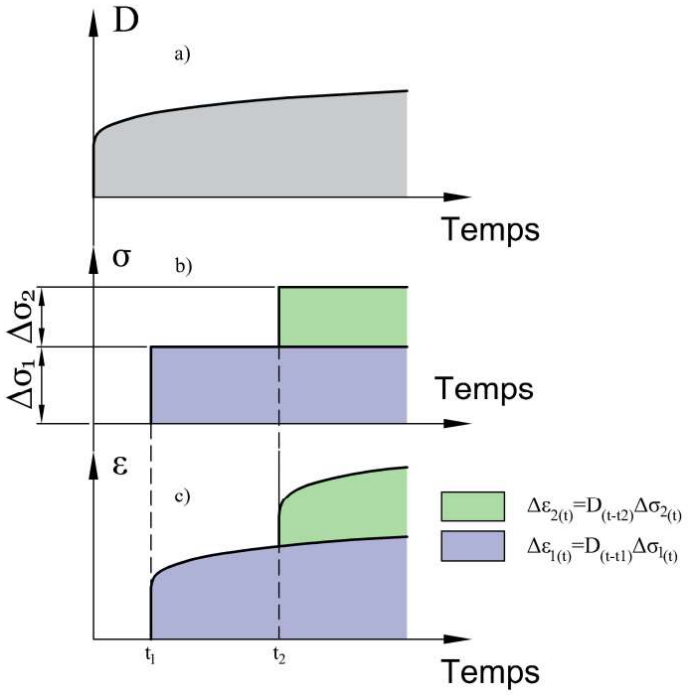



*Figure 1.23 : Le principe de superposition de Boltzman*

### 1.7.2 Viscoélasticité non-linéaire

Certains matériaux ont des propriétés mécaniques dépendantes de la contrainte [121], ce qui fait que la loi de superposition n'est pas valable. Pour ces matériaux, la modélisation se fait, souvent, par l'introduction des facteurs de nonlinéarité dans la loi de Boltzman.

L'un des premières modèles qui se basent sur cette méthode est celui de Leaderman [122], qui introduit une fonction de non-linéarité dans l'intégrale :

$$y_t = F\left\{\frac{P_{(t)}}{E} + \int_\infty^0 \Psi(\tau) \frac{ds\left(P_{(t-\tau)}\right)}{d\tau} d\tau\right\} \qquad (1.17)$$

Avec

- F et E – constantes de matériau ;
- $P_{(t)}$ – cycle de chargement ;
- $\Psi(\tau)$ – fonction de fluage ;

- $s(P)$ – fonction de non-linéarité.

Dans sa thèse, il utilise avec succès ce modèle pour des matériaux filamenteux de soie et trois types de polymères soumis aux cycles de type fluage-recouvrance de 24 heures.

D'autres modèles qui prennent cette approche ont été présentés par Bernstein et ses collaborateurs [123] ou bien de Green et Rivlin [124]. Le premier a été utilisé avec succès pour un nombre de polymères, tels que le PVC (polychlorure de vinyle), le PIB (polyisobutylène) ou la polyéthylène ([125]), alors que le deuxième, due à sa forme complexe, (1.18), est peu utilisé [126].

$$\varepsilon_{(t)} = \int_{-\infty}^{t} D_1(t-\tau)\frac{d\sigma}{d\tau}d\tau + \int_{-\infty}^{t}\int_{-\infty}^{t} D_2(t-\tau_1, t-\tau_2)\frac{d\sigma}{d\tau_1}\frac{d\sigma}{d\tau_2}d\tau_1 d\tau_2 + \int_{-\infty}^{t}\int_{-\infty}^{t}\int_{-\infty}^{t} D_3(t-\tau_1, t-\tau_2,, t-\tau_3)\frac{d\sigma}{d\tau_1}\frac{d\sigma}{d\tau_2}\frac{d\sigma}{d\tau_3}d\tau_1 d\tau_2 d\tau_3 + \cdots \quad (1.18)$$

Couramment, le modèle le plus utilisé pour décrire la viscoélasticité non-linéaire est celui de Schapery [127]. Pour passer dans le domaine non-linéaire, il s'est servi des principes de la thermodynamique des processus irréversibles. Dans ce modèle, le principe de superposition de Boltzman est modifié en introduisant des fonctions non-linéaires. Sous sa forme unidimensionnelle, la loi de comportement s'écrit :

$$\varepsilon_{(t)} = g_0 D_0 \sigma + g_1 \int_0^t \Delta D_{(\psi-\psi')}\frac{d(g_2\sigma)}{d\tau}d\tau \quad (1.19)$$

On peut distinguer les termes de la loi liés au comportement linéaire (principe de superposition de Boltzman), et des fonctions non-linéaires.

Les paramètres de linéarité sont trouvés à partir des essais dans le domaine linéaire (avec des faibles niveaux de contrainte) et qui sont :

- $D_0$ – compliance instantanée ;
- $\Delta D_{(t)}$ – compliance transitoire. Elle est une fonction qui décrit la variation temporelle de la flexibilité. *A priori*, sa forme peut être l'une de celles qui sont présentées antérieurement, la représentation exponentielle ou la série Prony étant en général utilisée.

La variable $\psi$ représente le temps réduit, dont l'expression est :

$$\psi = \int_0^t \frac{d\tau}{a_\sigma}$$

Le temps réduit repose sur l'équivalence entre les temps longs de relaxation à faible contrainte et les temps courts de relaxation à contrainte élevée dans la fonction de fluage.

Le modèle de Schapery comporte quatre fonctions non-linéaires, dépendantes de la charge $g_0, g_1$, $g_2$ et $a_\sigma$. La fonction $g_0$ traduit la non-linéarité de la déformation instantanée, alors que les fonctions $g_1$ et $g_2$ entrainent une réponse non-linéaire des déformations différées en fluage et en relaxation.

Ce modèle très général permet également de prendre en compte d'autres effets comme la température [128], le vieillissement ou l'hygrométrie par voie des fonctions de non-linéarité. Elles peuvent, à part la contrainte, dépendre de ces nouveaux facteurs.

Le modèle de Schapery a été utilisé avec succès pour décrire le comportement viscoélastique de différents types de matériau, notamment des polymères [129–133], des composites a fibre courte [105, 134, 135] ou à fibre longue [128, 130, 136, 137]. Selon la réponse du matériau, il a été couplé avec des différentes autres lois de comportement, capables de tenir compte soit des déformations plastiques remarquées, soit de l'endommagement.

La procédure de caractérisation de ce matériau est, généralement, comprise des essais multi-cyclés de fluage/recouvrance à des différents niveaux de contrainte : un premier dans le domaine linéaire, nécessaire pour l'identification des paramètres de linéarité et d'autres à des niveaux dans le domaine non-linéaire du comportement, qui permet de déterminer la forme des fonctions de non-linéarité.

## 1.8 Viscoplasticité

Pour certains matériaux, les modèles viscoélastiques présentés ci-dessus ne sont plus valables pour des contraintes élevées. En effet, ils supposent une réversibilité complète de la déformation lors de l'enlèvement de la charge. Or l'existence de déformation non-recouvrable a été observé pour plusieurs matériaux après des cycles de fluage [138, 139]. L'origine de ces déformations permanentes peut être liée à un comportement plastique si elles sont indépendantes de la durée de la phase de fluage, ou viscoplastique si elles dépendent de la durée d'application de la charge (Figure 1.24). Dans la suite, nous nous concentrerons sur ce dernier type de comportement car c'est celui-ci qui est observée pour les composites à matrice organique renforcée par des fibres végétales. Pour ces matériaux, il est souvent observé, à la

fois, un comportement viscoélastique et viscoplastique [126, 140]. Ce type de comportement sera appelé *visco-élastoplastique* dans la suite. Plusieurs modèles ont été proposés pour décrire le comportement viscoplastique et, souvent, font partie d'une loi de comportement globale.

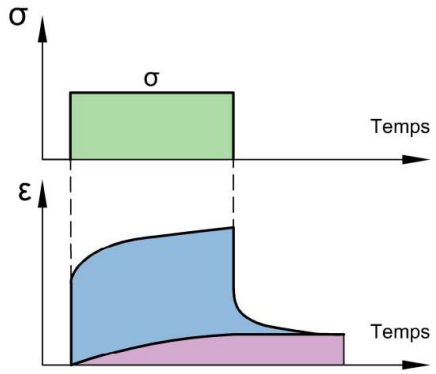



*Figure 1.24: Evolution de la déformation viscoplastique lors d'un essai de fluage/recouvrance*

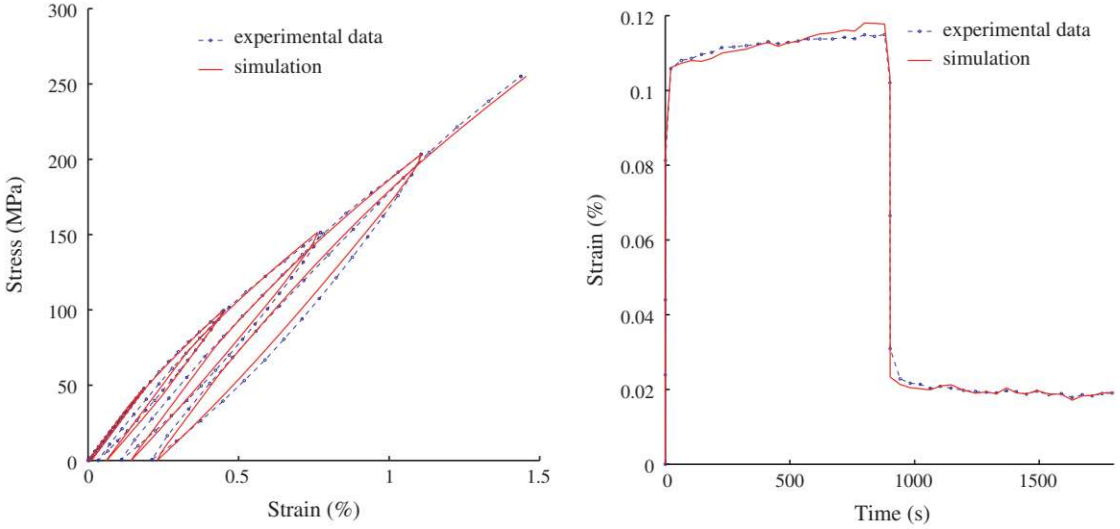
Parmi le peu de travaux dédiés aux composites à renfort de lin longue, Poilâne et al [104] ont développé un modèle pour rendre compte du comportement non-linéaire des composites à fibres UD de lin et résine époxyde, sollicités dans le sens des fibres. Leurs essais de charge décharge ont montré un cumul de déformations plastiques après chaque cycle, l'existence de l'hystérésis ainsi qu'une augmentation de la contrainte de coude. Ils ont associé les déformations plastiques et l'augmentation de la contrainte seuil à l'écrouissage. Pour modéliser ils ont couplé la loi de Hooke avec deux lois d'écrouissage et un modèle de Kelvin-Voigt, donc viscoélastique linéaire :

$$\dot{\varepsilon_{vp}} = \pm\frac{1}{K}\left[|\sigma - X_2 - X_3| - \sigma_Y + \frac{\gamma_3}{C_3}X_3\right] \qquad (1.20)$$

Avec $X_2$ et $X_3$ les variables internes qui tiennent compte de l'écrouissage.

Les paramètres du modèle ont été identifiés sur des essais de traction cyclés à contrainte croissante, et un essai de fluage/recouvrance.

Leur loi est capable de modéliser des essais de charge-décharge ainsi que des essais de fluage-recouvrance en dessous de la limite d'écoulement. Par contre, il n'est pas capable de modéliser le comportement en fluage à des niveaux en dessus de la limite d'écoulement, Figure 1.25.




*a)* *b)*

*Figure 1.25 : Résultats obtenus par Poilâne : a) essais charge-décharge ; b) essais de fluage* [104]

Un article subséquent introduit une constante de rigidification, activée après un seuil de contrainte, pour tenir compte des courbes caractéristiques trilinéaires [141], mais reste incapable de bien modéliser les essais de fluage-recouvrance.

Une étude détaillée sur le comportement viscoplastique des matériaux a été entreprise par Zapas et Crissman [142]. Ils ont analysé une résine thermoplastique (UHMWPE) qui présente des déformations plastiques sous un chargement constant.

L'étude a montré qu'en soumettant leurs éprouvettes aux cycles de type fluage recouvrance, elles ne reviennent jamais à leur dimension initiale, même pour des niveaux faibles de contrainte (à voir 8 MPa) (Figure 1.26). On peut remarquer dans la figure que la déformation se stabilise à une valeur non nulle après $10^4$ secondes.

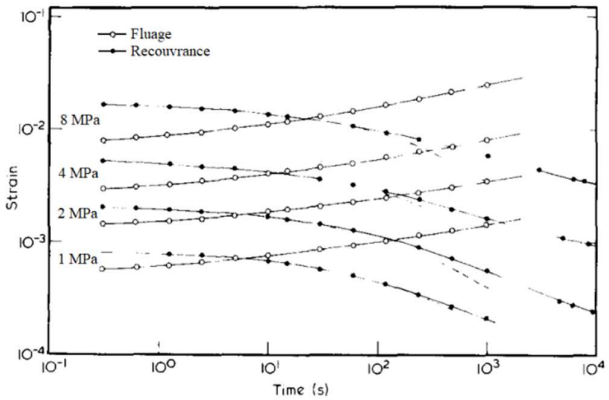



*Figure 1.26 : La réponse en déformation pendant la recouvrance pour UHMPE* [142]*;*

Cela les a conduits à conclure qu'il existe, en parallèle avec le comportement viscoélastique caractéristique aux polymères, des déformations viscoplastiques, observables à la fin des périodes de recouvrance.

Ils ont aussi déterminé que ces déformations plastiques suivent, en échelle logarithmique, une droite et, donc, la fonction qui pourrait décrire leurs résultats serait de forme exponentielle, par rapport au temps, telle qu'elle est adoptée dans le modèle qui porte leur nom (1.21):

$$\Delta\varepsilon_{r(t)} = C_{pl} \cdot g_{(\sigma)} \cdot t^m \qquad (1.21)$$

où

$\Delta\varepsilon_{r(t)}$ –déformation au final de recouvrance ;

$C_{pl}$ et m –constantes de matériau ;

$g_{(\sigma)}$ –fonction à définir, dépendante de la contrainte.

Une forme plus générale de ce modèle a été présenté par Nordin et Varna [143], où la fonction dépendante de la contrainte devient une intégrale, pour un cycle quelconque de chargement :

$$\varepsilon_{pl(\sigma,t)} = C_{pl} \cdot \left( \int_0^t \sigma_{(\tau)}^M d\tau \right)^m \qquad (1.22)$$

avec

$\varepsilon_{pl(\sigma,t)}$ – déformation plastique en fonction de contrainte et temps ;

$C_{pl}$, m et M – constantes de matériau, indépendantes de temps et contrainte ;

$\sigma_{(\tau)}$ – contrainte variable en fonction du temps, $\tau$.

Giannadakis et Varna [144] ont utilisé avec succès une combinaison des modèles de viscoélasticité et viscoplasticité pour la caractérisation des matériaux composites résine époxyde - fibre de verre. La direction des fibres a été de ± 45°. Le couplage a été entre le modèle de Schapery (pour la viscoélasticité) et celui de Zapas et Crissman (pour la viscoplasticité). A partir des essais de type fluage – recouvrance, ils ont déterminé les paramètres des modèles. La particularité de leur méthode pour le modèle de Zapas Crissman est d'utiliser des valeurs normalisées pour les variables.

Le comportement des composites isotropes à renfort végétale ont été modélisés avec succès par Nordin et Varna [143]. Cette fois-ci, les essais fluage/recouvrance ont été faits sur un composite bois à fibre courte (papier kraftliner) – phénol formaldéhyde, en compression. Ils ont découvert que, en fluage, ce matériau obéit à une forme de la série de Prony et, que, à la fin de la recouvrance, des déformations plastiques sont observables. Des cycles de fluage recouvrance à durée de temps variable, la phase de fluage durant entre 1h et 5h, ont été utilisés pour déterminer la dépendance temporelle des déformations plastiques. Ensuite, des essais fluage recouvrance à contrainte variable ont été réalisés pour obtenir, à la fois, la dépendance des déformations plastiques de la contrainte et pour les effets viscoélastiques non-linéaires. Le niveau de contrainte qu'ils utilisent est élevée, risquant ainsi l'existence d'endommager les éprouvettes. Du point de vue mécanique, cela signifie une réduction de la rigidité. Pour cette raison, au début de chaque essai, ils vérifient le module d'élasticité instantané.

Masoumi et al. [145] ont pris une approche multi échelle pour caractériser le comportement visqueux des composites laminés. Le matériau étudié a été un composite fibre de carbone – résine polypropylène. L'échelle micro est décrite par "Simplified Unit Cell Model" (SUCM). La partie macro est un couplage de viscoélasticité linéaire, introduit par l'intégrale de superposition de Boltzman et de viscoplasticité, représenté par le modèle de Zapas Crissman. Dans le cas de leurs essais, ils ont trouvé que les déformations plastiques apparaissent à un seuil de 40% de la contrainte à la rupture. Ce travail montre aussi la possibilité d'implémenter dans une routine itérative le couplage des deux fonctions.

Une autre approche pour modéliser la viscoplasticité est une particularisation du modèle de Schapery. Une exemplification d'application pour ce cadre est le travail de Megnis et al. [146] Dans cet article, les auteurs suggèrent que, si l'on considère le temps de relaxation infiniment grand (les déformations plastiques sont assimilées aux déformations élastiques qui reviendraient à 0 après un temps infiniment grand), on peut décrire des déformations permanentes à l'aide du modèle de viscoélasticité non-linéaire (1.23). Les matériaux testés sont des composites à fibre longue de verre dans une matrice époxyde soumis aux essais de type fluage-recouvrance et relaxation.

$$\varepsilon^{vp} = \int_0^t S^p \sigma \frac{1}{a^p(\sigma, t')} dt' \qquad (1.23)$$

avec $S^p$ une compliance viscoplastique et $a^p$ une fonction de non-linéarité.

L'article [146] présente aussi un approche particulière de détermination fonctions du modèle viscoélastique non-linéaire. Au lieu d'utiliser la courbe de fluage, qui représente la somme de la viscoélasticité et viscoplasticité, ils utilisent la courbe de recouvrance d'où ils éliminent la déformation plastique de la fin du cycle. La validation de leur approche a été présentée dans un article subséquent [147] sur des éprouvettes à direction de fibres de $[0° 90°]_s$ et $[\pm 45°]_s$.

Un modèle visco-élastoplastique diffèrent, avec des résultats raisonnables, a été testé par Rubio-Lopez et al [148]. Dans leurs efforts de caractériser le comportement mécanique de trois types de composites bio sourcées, ils ont fait des essais de traction et relaxation qui ont servi comme base de données pour la caractérisation. Ils ont couplé en parallèle trois branches (Figure 1.27), l'une étant la description de l'élasticité non-linéaire (modèle de Yeoh, branche a), une autre le modèle de Maxwell (branche b) et la troisième étant un patin (élément de friction, branche c).

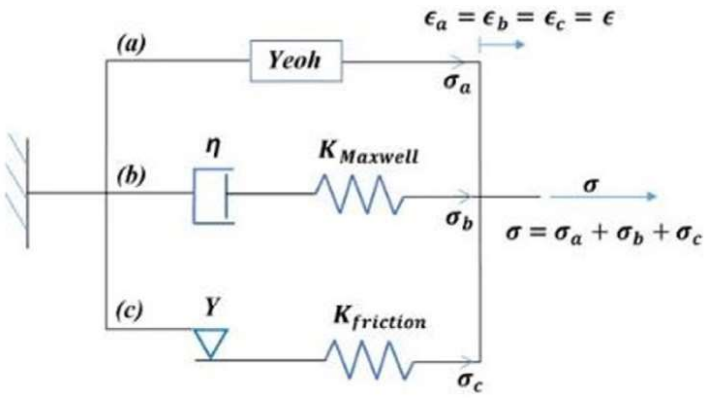



*Figure 1.27 : Schéma du modèle utilisé par Rubio-Lopez* [148]

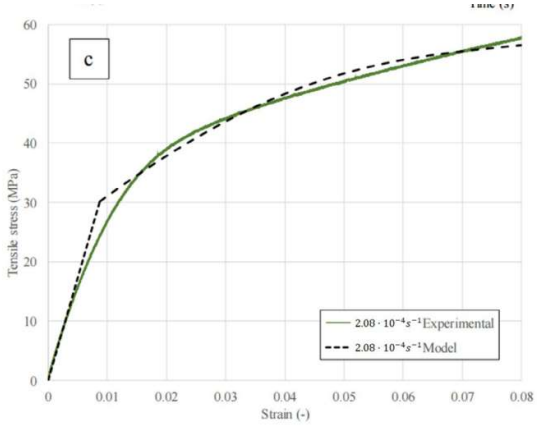



*Figure 1.28 : Modélisation d'un essai de traction par le modèle de Rubio et Lopez* [148]

La modélisation de leurs essais de traction, faits sur des biocomposites à renfort de lin, coton (tissé) et jute montre l'existence d'un seuil d'où les déformations plastiques apparaissent, moins prononcé dans les résultats expérimentaux (Figure 1.28).

Drozdov [149] s'est concentré sur la caractérisation mécanique et visqueuse d'une polypropylène à renfort de nano particules. Pour ce matériau, considéré comme homogène, il a conçu un modèle, à base de l'énergie de déformation, qui puisse décrire les deux composantes visqueuses (élastique et plastique) (1.24). Ce modèle possède la capacité de décrire des essais de traction en vitesse variable, de fluage et de relaxation. La limite est le fait qu'un découplage des deux phénomènes est impossible et qu'il fonctionne seulement dans le domaine linéaire, pour des chargements uni-axiales.

$$W_{(t)} = \frac{1}{2}\mu\left[\left(1 - r_{(t)}\right)\left(\widehat{\varepsilon_e}(t) : \widehat{\varepsilon_e}(t)\right) + \int_0^t R_{(t-\tau)}\left(\widehat{\varepsilon_e}(t) - \widehat{\varepsilon_e}(\tau)\right) : \left(\widehat{\varepsilon_e}(t) - \widehat{\varepsilon_e}(\tau)\right) d\tau\right] \quad (1.24)$$

avec $\widehat{\varepsilon_e}(t)$, le tenseur de déformation élastique, $\mu$ – la rigidité élastique. $r_{(t)}$ est donné par :

$$r_{(t)} = \int_0^t R_{(\tau)}\, d\tau$$

et $R_{(t)}$ par:

$$R_{(t)} = k \int_0^\infty f_{(v)} \Gamma_{(v)} \exp\left[-\Gamma_{(v)t}\right] dv$$

avec k, une constante de matériau, $f_{(v)}$ et $\Gamma_{(v)}$, des fonctions de matériau :

$$\Gamma_{(v)} = \gamma\, exp(-v) \quad (1.25)$$

où $v$ représente l'énergie d'activation de séparation des chaines moléculaires.

Des améliorations ont été amenées par le travail de Kontou et Spathis [106] qui ont réussi d'implémenter une formulation 3D du comportement. Ils ont rajouté des modifications pour tenir compte des non-linéarités, par l'introduction d'une contrainte équivalente ($\overline{\sigma}$) et par une constante qui varie l'énergie d'activation ($C$), (1.26). Les mêmes auteurs ont testé avec succès cette formulation pour deux composites bio sourcés, l'un à base de renfort de fibre de lin courte (wt=20%) et le second à base de sciure de bois (wt=30%).

$$\Gamma_{(v)} = \gamma \, exp(-v - C\overline{\sigma}) \qquad (1.26)$$

Des travaux présentés on peut remarquer l'intérêt du monde scientifique sur les phénomènes de viscoplasticité, pour les différents types de matériau à base de polymères. La mention qu'il faut faire est que, dans les cas qu'on vient de présenter, les modèles étant plutôt testés par des essais de courte durée (voir des essais de type charge/décharge). L'exception c'est le modèle de Zapas et Crissman (Equation (1.21), où les tests de validation ont de durées de plusieurs heures, voir jours.

Néanmoins, peu d'études sont concentrés sur les composites à fibre de lin, en particulier à fibre longue. A présent, les modèles capables de décrire son comportement sont limités aux essais de chargement et, en fluage, au domaine linéaire.

## 1.9 Conclusions

Ce premier chapitre a été dédié à la présentation de l'état de l'art en matière de composites biosourcées et leurs propriétés mécaniques, en se concentrant, en spécial sur ceux qui concernent le sujet de cette thèse.

En premier on a discuté sur les raisons d'introduire ces composites biosourcées, dont les meilleurs candidats se relèvent d'être ceux à renfort de fibre de lin, avec une courte discussion sur cette fibre de renfort, ses avantages et désavantages et ses possibilités d'utilisation dans des applications commerciales. D'ici on a conclu l'intérêt pour des sources des matériaux régénérables de et recyclables, en général, et la fibre de lin, en spécial, en présentant certains exemples courants d'utilisation. Ces exemples restent limités car un nombre significatif de verrous sont encore à dépasser avant une utilisation à grande échelle dans le domaine des matériaux composites.

La deuxième partie de ce chapitre est dédiée au comportement du matériau que l'on étudie, plus précisément le comportement visco-élastoplastique. On a défini ce qu'il signifie, son effet sur une structure soumise aux cycles de chargement quasi constants et les possibilités de modeler ce comportement.

On a vu que tout matériau à base d'une résine polymérique présente un comportement visqueux (élastique et plastique) en donnant quelques exemples de la littérature de spécialité. De ces exemples on a remarqué une grande palette d'essais qui le mettent en évidence et que,

à partir de ces types d'essais, on peut surprendre quantitativement la présence de ce comportement en temps.

Le chapitre finit avec une présentation des relations constitutives, qui sont couramment utilisés dans la modélisation numérique du phénomène visco-élastoplastique. On a remarqué l'existence de plusieurs façons de le modeler, avec une prédominance du modèle de Schapery, pour le comportement viscoélastique non linéaire et de Zapas et Crissman pour la partie viscoplastique.

A partir des informations présentées dans ce chapitre de début, la procédure d'analyse des composites résine époxyde – fibre de lin en termes de comportement visco-élastoplastique sera conçue et présentée dans les chapitres suivants, ainsi que les conclusions tirées de cette analyse.

# Chapitre 2 : Fabrication et caractérisation mécanique du composite à fibre de lin

## Contenu du Chapitre 2

2.1 Introduction....58
2.2 Fabrication du matériau et des éprouvettes....58
2.3 Essais de caractérisation mécanique....61
2.4 Essais de type charge-décharge à vitesse de chargement variable....65
2.5 Essais de type charge-décharge à contrainte variable....70
2.6 Conclusions....73

## 2.1 Introduction

L'objectif de ce chapitre est de présenter le matériau composite de l'étude et ses propriétés mécaniques en traction.

La première partie du chapitre est consacrée à la description des constituants du composite, ainsi qu'au procédé de mise en œuvre par thermocompression.

Dans une deuxième partie, le comportement en traction monotone et cyclique du composite est étudié. L'influence de la vitesse de sollicitation sur son comportement est également prise en compte. Ces essais préliminaires ont également pour objectif d'aider à la mise au point du protocole des essais de fluage/recouvrance qui seront présentés dans le chapitre suivant.

## 2.2 Fabrication du matériau et des éprouvettes

Le matériau composite de l'étude est obtenu à partir d'un renfort de fibres de lin unidirectionnelles pré-imprégné par une résine époxy (Figure 2.1). Celui-ci est commercialisé par la société Lineo (actuellement EcoTechnilin)©, sous le nom de FlaxPreg™ T-UD 110 g/m$^2$ [150].



*Figure 2.1: Rouleau FlaxPreg T-UD 110*



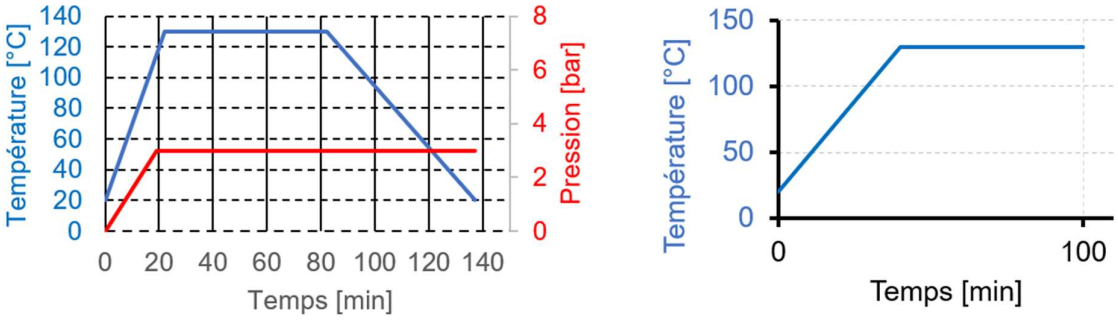
*Figure 2.2: Plis pour une plaque à direction de 0°*

Un empilement de 15 plis unidirectionnels (Figure 2.2) est réalisé pour obtenir une épaisseur du composite d'environ 2 mm. Ces plis sont ensuite placés dans un moule. Le composite lin / époxy est fabriqué par thermocompression, à l'aide d'une presse Fontijne Grotnes TPC. Les plateaux chauffants disposent d'un système de refroidissement interne par circulation d'air réfrigéré, permettant un contrôle de la vitesse de refroidissement.

Le cycle de cuisson utilisé se décompose de la manière suivante (Figure 2.3) :

- Augmentation de la température de 20°C à 130°C avec une vitesse de chauffe de 5°/min ;
- Application d'une pression de 3 bars à partir de 115°C ;
- Maintien de la température et de la pression pendant 60 min ;

- Refroidissement jusqu'à 20°C avec une vitesse de refroidissement de 2°C/min ;
- Post-cuisson dans un four à 130°C durant 1 heure. Cette étape permet de s'assurer d'une réticulation totale de la matrice, et de limiter les contraintes internes au sein de la plaque.




*a)* *b)*

*Figure 2.3: Cycle de fabrication : a) Thermocompression ; b) post-cuisson*

L'une des plaques ainsi obtenues est présentée dans la Figure 2.4. Les éprouvettes sont découpées sur les dimensions 250x25 mm, à l'aide d'une machine de découpe laser, permettant d'assurer une précision élevée des dimensions (variation inférieure à 0.1 mm) (Figure 2.5).

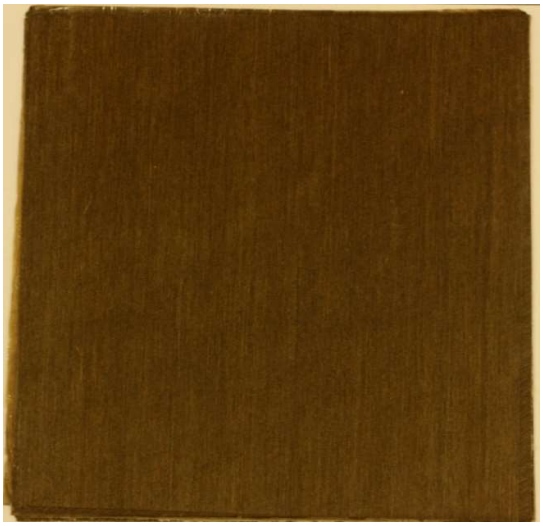


*Figure 2.4: Plaque en composite*



*Figure 2.5: Eprouvette découpée*

Un contrôle dimensionnel des éprouvettes a été réalisé. Les taux volumiques de fibres, de matrice et de porosités ont été obtenus par la méthode des pesées. Les dimensions et la

masse de chacune des éprouvettes fabriquées ont été obtenues à l'aide d'un pied à coulisse (pour la largeur), un d'un micromètre (pour l'épaisseur) et d'une balance (pour la masse). Les taux massiques sont données par la notice fournie par le fabricant [150] et les valeurs des densités des composants sont celles obtenues dans la littérature [53], [151]. Les équations (2.1) - (2.7) présentent la méthode de calcul des taux volumiques de fibres, matrice et de vide.

$$V_c = L \cdot l \cdot e \ [mm^3] \tag{2.1}$$

$$\rho_c = \frac{m_c}{V_c} \cdot 10^6 \ \left[\frac{kg}{m^3}\right] \tag{2.2}$$

$$m_f = \frac{N_p \cdot S_p \cdot V_c}{e} * 10^{-3} \ [\%] \tag{2.3}$$

$$t_f = \frac{m_f}{m_c} \cdot 100 \ [\%] \tag{2.4}$$

$$V_f = t_f \cdot \frac{\rho_c}{\rho_f} \ [\%] \tag{2.5}$$

$$V_m = t_m \cdot \frac{\rho_c}{\rho_m} \ [\%] \tag{2.6}$$

$$V_{vide} = 100 - V_f - V_m \ [\%] \tag{2.7}$$

Avec :

e – épaisseur de l'échantillon – mesurée ;

L – Longueur de l'échantillon – mesurée ;

l – largeur de l'échantillon – mesurée ;

$m_c$ – masse de l'échantillon – mesurée ;

$m_f$ – masse de fibre dans l'échantillon – calculée ;

$N_p$ – nombre de plis dans le composite – mesuré (15 plis) ;

$\rho_c$ – densité du composite – calculée ;

$\rho_f$ – densité de la fibre – littérature de spécialité [53] (1450 kg/m$^3$) ;

$\rho_m$ – densité de la matrice – fournisseur [150] (1170 kg/m$^3$);

$S_p$ – densité surfacique du renfort – fournisseur [150] (110g/m$^2$) ;

$t_f$ – taux massique de fibre – mesuré ;

$t_m$ – taux massique de la matrice – mesuré ;

$V_f$ – taux volumique de fibre – calculé ;

$V_m$ – taux volumique de matrice – calculé ;

$V_{vide}$ – taux de vide dans le composite – calculé.

Pour le lot complet d'éprouvettes fabriquées, les valeurs des taux volumiques de fibre-matrice-vide sont donnés, sous forme de moyenne et d'écart type, dans le Tableau 2.1.

*Tableau 2.1 : Caractéristiques des éprouvettes fabriquées*

| $V_f$ [%] | $V_m$ [%] | $V_{vide}$ [%] |
|---|---|---|
| 46.66 ± 0,8 | 42,53±1,8 | 10.81±1.3 |

Les éprouvettes ainsi obtenues ont été, ensuite, équipées avec des talons en aluminium aux extrémités, 50 mm en longueur, afin de réduire les effets de concentration de contraintes liés à la pression de serrage des mors dans les machines d'essai. L'une des éprouvettes, équipée de talons est présentée dans la Figure 2.6.

Enfin, pour réduire l'influence de l'humidité sur les propriétés du composite [152], toutes les éprouvettes fabriquées ont été conditionnées après fabrication à une température de 23±2°C et l'humidité a été contrôlée à 50±5% HR par voie de gel de silice. Ce conditionnement a été maintenu pour une période de 7 jours avant que les éprouvettes soient testées.



*Figure 2.6: Eprouvette avec des talons*

## 2.3 Essais de caractérisation mécanique

Afin de déterminer les propriétés mécaniques du matériau étudié, des essais de traction monotone uniaxiale ont été réalisés sur un lot de 5 éprouvettes provenant d'une même plaque.

La charge a été appliquée avec une machine d'essai universelle, INSTRON 8872 à contrôle hydraulique, équipée avec une cellule de force de 25kN (Figure 2.7, a). Le contrôle a été fait en force, avec une vitesse de chargement de 10 kN /min, choisi pour réduire les possibles effets des glissements des éprouvettes dans les mors. La vitesse de chargement a été choisie comme équivalente d'une vitesse de déplacement de 2 mm/min.

La déformation a été mesurée pour chaque éprouvette avec un set de jauges de déformation HBM LY18-6/120, montées en pont de Wheatstone complet : 2 jauges sur chaque côté de l'éprouvette testée, afin d'éliminer les erreurs dues à la flexion et deux jauges collées sur une éprouvette témoin, dont le rôle a été d'éliminer les possibles effets de dilatation thermique. L'une des éprouvettes a eu aussi un set de jauges collées en direction transversale pour permettre la mesure du coefficient du Poisson.

L'enregistrement du signal des jauges de déformation a été fait par un système d'acquisition de données HBM MX840B, avec une fréquence d'échantillonnage de 10 Hz (Figure 2.7, b).




*a)* *b)*

*Figure 2.7: Dispositifs utilisés : a) Machine de traction ; b) Système d'acquisition de données*

Malgré l'utilisation des talons, la plupart des ruptures des éprouvettes se sont produits par l'apparition de fissures au niveau des talons qui sont propagées dans le sens longitudinal de l'éprouvette le long des fibres (Figure 2.8). Néanmoins, cela n'affecte pas la caractérisation du comportement visco-élastoplastique du matériau dans la suite de l'étude, car les contraintes imposées sont inferieures à la limite à rupture.

On note un comportement non-linéaire du composite en traction dans le sens des fibres (Figure 2.9). De nombreux travaux ont constaté ce comportement pour les composites à fibres longues de lin, pour différentes matrices [153–155]. Schématiquement, la courbe contrainte-déformation peut être séparée en deux parties, avec une baisse importante du module dans la deuxième. Ce comportement bilinéaire s'explique par le comportement non-linéaire des fibres

de lin. Plusieurs hypothèses ont été formulées pour expliquer le comportement complexe des fibres de lin en traction, liées à une réorganisation interne de la microstructure des fibres [75].



*Figure 2.8: Rupture des éprouvettes 0_P2E2 et 0_P2E4*

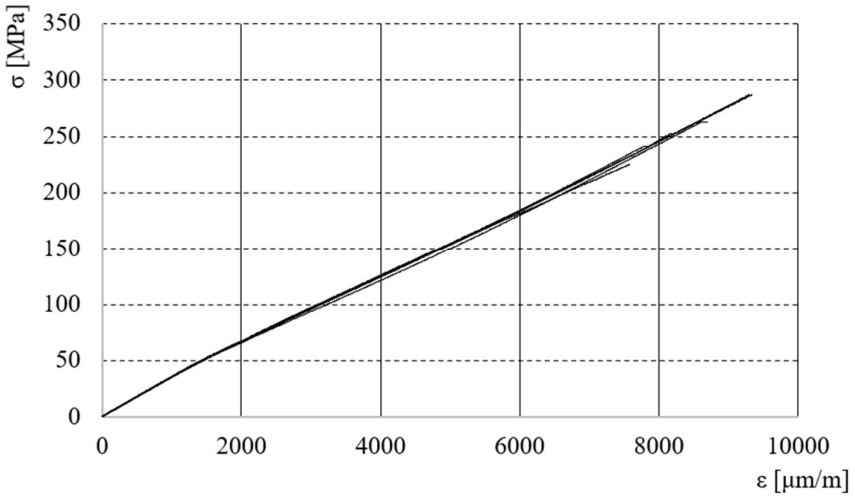



*Figure 2.9: Résultats des essais de traction*

Afin d'étudier plus en détail cet aspect du comportement du composite, on a tracé l'évolution du module tangent (2.8) et du module sécant (2.9) par rapport à la déformation dans les Figures 2.10 et 2.11.

$$E_{tg} = \frac{\Delta\sigma_{ij}}{\Delta\varepsilon_{ij}} \tag{2.8}$$

$$E_{sec} = \frac{\sigma_i}{\varepsilon_i} \tag{2.9}$$

Avec :

$$\Delta\sigma_{ij} = \sigma_j - \sigma_i$$

$$\Delta\varepsilon_{ij} = \varepsilon_j - \varepsilon_i$$

On remarque une diminution du module jusqu'à une déformation d'approximatif 2000 μm/m dans la première partie du comportement. Le module tend, ensuite, à se stabiliser dans la deuxième partie de la courbe de traction. Le module sécant, passe de 35 GPa à 30 GPa, soit une diminution d'environ 14%. Par la suite, on utilisera le module sécant car il sera utilisé dans l'analyse des essais de fluage/recouvrance présentés dans le chapitre suivant.

En comparaison avec les résultats trouvés dans la littérature de spécialité, [95, 96, 156] la diminution en rigidité est moins importante, Berges et Cadu, par exemple, rapportant une diminution de 29 GPa pour $E_1$ à 19 GPa pour $E_2$ [96, 152]. La dissemblance suggère l'influence d'une différence dans la procédure expérimentale. En effet, la plupart des essais de caractérisation mécaniques font appel à un contrôle en déplacement, avec des vitesses de 1-2 mm/min, spécifiques aux essais sur des matériaux composites qui, due aux glissements dans le mors, ne traduit pas dans une vitesse de déformation constante.

Afin de caractériser le comportement bilinéaire du composite dans le sens longitudinal, on détermine deux modules tangents, $E_1$ et $E_2$ [11]. En effet, la détermination du module par la méthode proposée dans la norme ASTM 3039 [12] n'est pas valable pour ce type de composite.

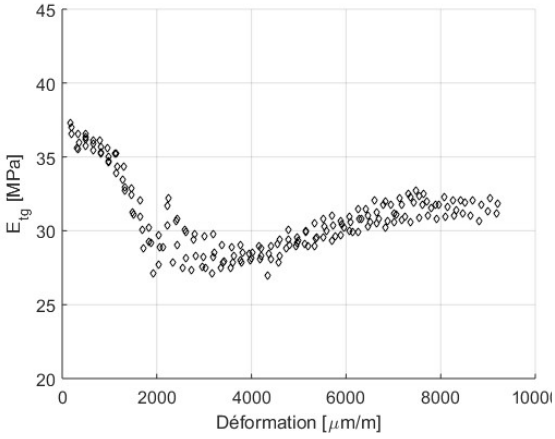



*Figure 2.10: Evolution du module tangent*

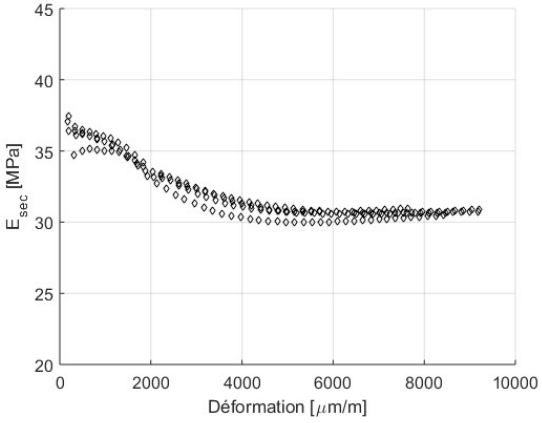



*Figure 2.11: Evolution du module sécant*

Pour identifier les modules tangents, E1 et E2, on utilise la méthode proposée par Berges [9]. Sur les deux parties de la courbe de traction, on identifie les modules correspondants en minimisant l'écart entre les droites de pentes égales aux modules et la courbe de traction (Figure 2.12). Le point d'intersection de ces deux droites est appelé « coude » et il est caractérisé par les coordonnées [$\varepsilon_{coude}$, $\sigma_{coude}$].

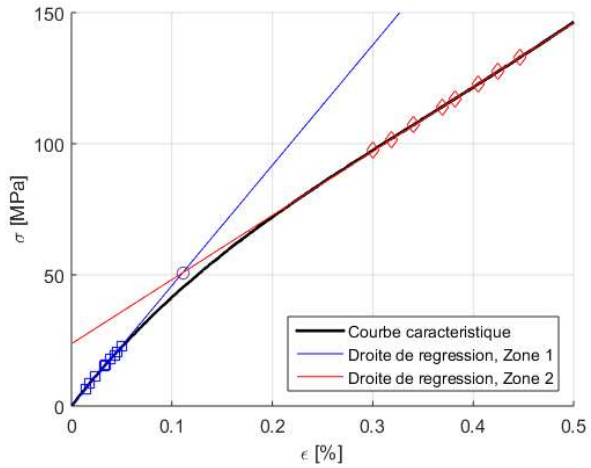



*Figure 2.12: Schéma de caractérisation du comportement en traction dans le sens des fibres du composite*

Dans le Tableau 2.2 on présente les résultats pour $E_1$, $E_2$, $\varepsilon_{coude}$, $\sigma_{coude}$, $\varepsilon_{max}$, $\sigma_{max}$ et le coefficient de Poisson sous forme de moyenne et d'écart type. On note des valeurs plus élevées que dans la littérature de spécialité[96, 152, 157], mais similaires à ceux obtenues par les essais caractérisation du fournisseur du matériau [150]. Cette différence peut être liée à la procédure d'imprégnation différente qui, dans les études citées est manuelle, alors que, pour le fabriquant, elle n'est pas spécifiée.

*Tableau 2.2 : Propriétés mécaniques du composite*

| Propriété | Moyenne | Ecart type |
|---|---|---|
| *E1 [GPa]* | 35.00 | 0.594 |
| *E2 [GPa]* | 28.72 | 0.322 |
| *v [-]* | 0,371 | - |
| $\varepsilon_{coude}$ *[%]* | 0.133 | 0.032 |
| $\sigma_{coude}$ *[MPa]* | 47.69 | 10.85 |
| $\varepsilon_{max}$ *[%]* | 0.852 | 0.082 |
| $\sigma_{max}$ *[MPa]* | 260.44 | 27.65 |

## 2.4 Essais de type charge-décharge à vitesse de chargement variable

Plusieurs travaux, abordés dans le chapitre précédent, ont montré le caractère viscoélastique du comportement des composites à fibres naturelles. Par ailleurs, le comportement en traction des fibres naturelles élémentaires est-lui-même viscoélastique [158]. L'objectif de cette partie est d'étudier l'influence de la vitesse de chargement sur le comportement en traction dans le sens des fibres du matériau composite. Il s'agit notamment de caractériser le caractère viscoélastique du comportement sur les deux parties principales des courbes de traction présentées précédemment [75].

Un matériau qui présente un comportement viscoélastique a une réponse déformation-contrainte dépendant de la vitesse de chargement. Pour cette raison, on a conçu des essais de type charge-décharge à vitesse variable jusqu'à une contrainte supérieure à celle correspondante au coude, mais très inférieure à la contrainte à rupture, pour éviter l'apparition d'éventuels endommagements.

Varna propose, dans sa procédure expérimentale [159], des essais d'évaluation de type charge-décharge à faible contrainte, pour vérifier que le module d'élasticité du matériau reste inchangé ce qui traduirait l'apparition d'endommagements. On adopte des mesures similaires du module sécant après chaque cycle de charge/décharge (Figure 2.13) du protocole de ce travail.

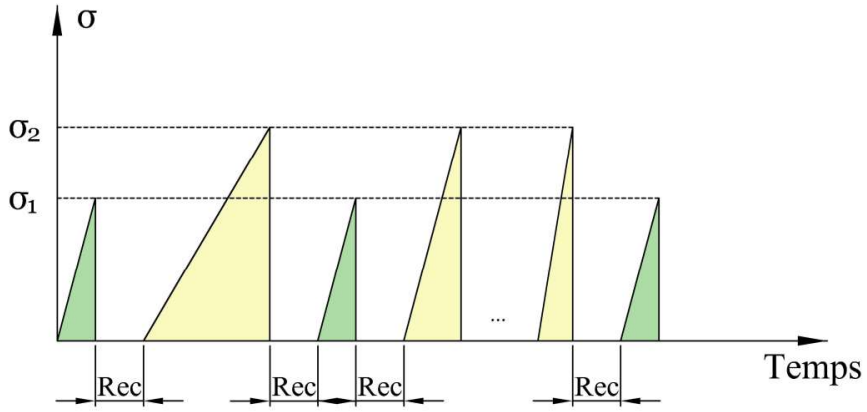



*Figure 2.13: Schéma des essais charge décharge à vitesse variable*

Le déchargement est fait instantanément, par l'ouverture des mors hydrauliques et il est suivi par une période de recouvrance entre deux cycles successifs, afin d'éliminer les possibles déformations viscoélastiques. Trois éprouvettes ont ainsi été testées. Les équipements utilisés sont la machine de traction Universelle INSTRON 8872 et, pour la lecture de la déformation, des jauges de déformation et le système d'acquisition de données HBM, avec une fréquence d'échantillonnage de 50 Hz. Le consigne de l'essai d'évaluation, $\sigma_1$, est de 30 MPa (niveau de contrainte dans la première portion de la courbe caractéristique) et la vitesse de chargement est de 50 kN/min. Les autres paramètres d'essai sont précisés dans le Tableau 2.3.

Le signal de déformation obtenu pour l'une des éprouvettes testées à ce protocole, 0_P3E1, est présenté dans la Figure 2.14, alors que pour les deux autres, ils sont présentés dans les annexes.

*Tableau 2.3 : Paramètres de l'essai charge-décharge à vitesse variable*

| Incrément | $\sigma_2$ [MPa] | Vitesse de chargement [kN/min] |
|---|---|---|
| 1 | 80 | 1 |
| 2 | | 5 |
| 3 | | 10 |
| 4 | | 50 |
| 5 | | 100 |
| 6 | | 500 |
| 7 | | 1.000 |

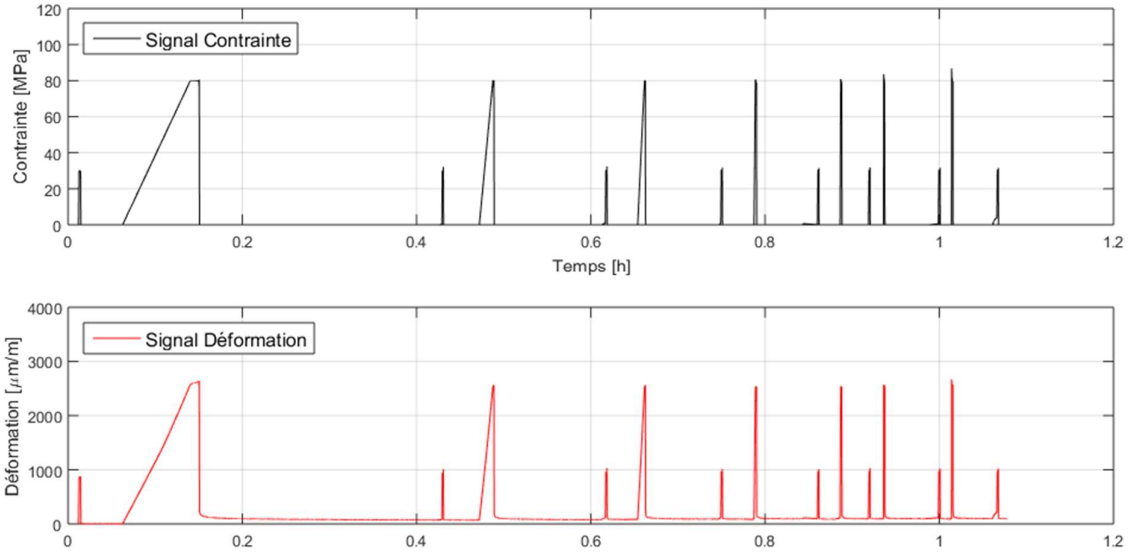



*Figure 2.14: Signal déformation de l'éprouvette 0_P3E1*

En analysant la figure, on remarque le recouvrement du matériau jusqu'à une valeur de déformation différente de 0, qui traduit l'existence d'une déformation plastique. La nature de cette déformation plastique sera analysée dans les prochaines parties du travail. Une indication sur sa nature est le fait qu'elle reste constante pour les cycles suivants. Ce comportement a été observé pour toutes les éprouvettes testées.

Aucune variation significative du module d'élasticité du matériau a été constaté, lors des essais d'évaluation du module réalisés entre chaque cycle de charge/décharge (Figure 2.15). Il n'a pas été possible de déterminer un éventuel endommagement par d'autres méthodes non-destructives comme l'émission acoustique [160, 161]. Néanmoins, pour ces niveaux de chargement, aucune modification de la rigidité du matériau lors des différents cycles de charge/décharge n'a pas été constatée.

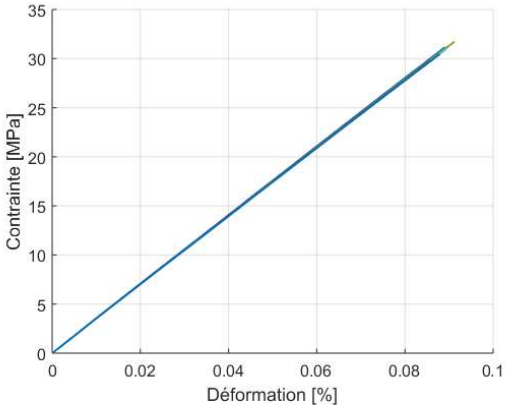



*Figure 2.15: Cycles d'évaluation en coordonnées déformation-contrainte (8 courbes superposées)*

Afin d'étudier le comportement viscoélastique du matériau en traction, nous avons superposé les courbes de chargement pour chaque cycle, en éliminant la déformation permanente mesurée à la fin d'un cycle de charge/décharge (Figure 2.16). Le module d'élasticité du matériau croit avec la vitesse de chargement. Pour des vitesses de chargement inférieures à 50 kN/min, la consigne de contrainte est respectée. Au-delà de cette vitesse, la contrainte dépasse la consigne imposée, avec un écart de plus de 5% pour 1000 kN/min.

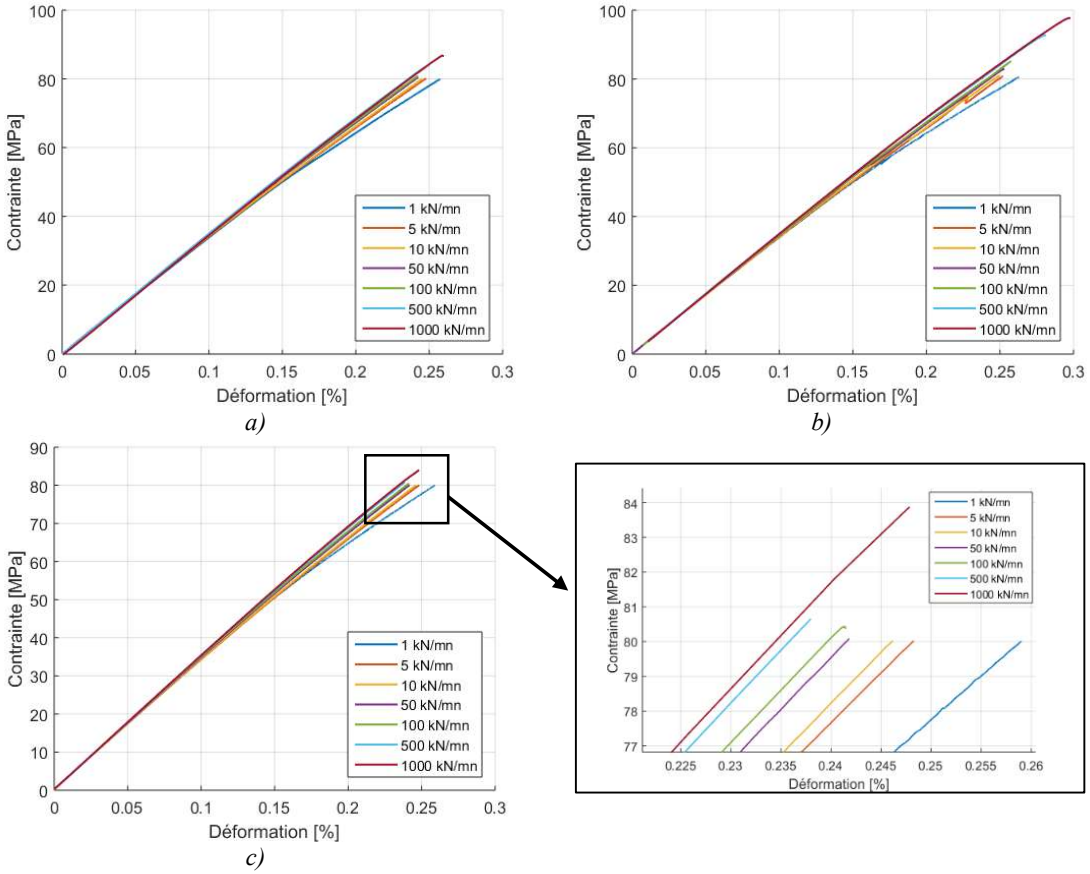



*Figure 2.16: Essais charge -décharge à vitesse variable : a) 0_P3E1, b) 0_P3E2, c) 0_P3E3*

Les modules sécants, pour les différentes vitesses de chargement testées, ont été calculés à 30 MPa, et à 80 MPa, afin d'être caractéristiques du caractère bilinéaire du comportement en traction du matériau (Figures 2.17 et 2.18). On remarque que l'effet de la vitesse de chargement est important sur la deuxième partie de la courbe de traction. Le module sécant à 80 MPa varie de 31 GPa à 34 GPa, lorsque la vitesse de chargement passe de 1 kN/min à 1000 kN/min. L'effet de la vitesse de chargement sur le module sécant calculé à 30 MPa est, par contre, beaucoup plus faible, avec une augmentation de 1 GPa sur la gamme de vitesses testée. On observe alors que le module sécant à 80 MPa se rapproche de celui calculé à 30 MPa quand la vitesse de chargement augmente.

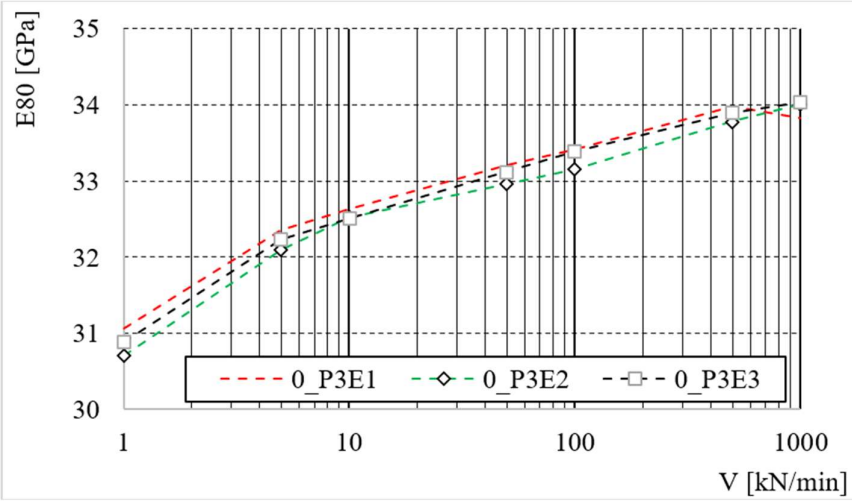



*Figure 2.17: Module sécant à 80MPa par rapport à la vitesse de chargement*

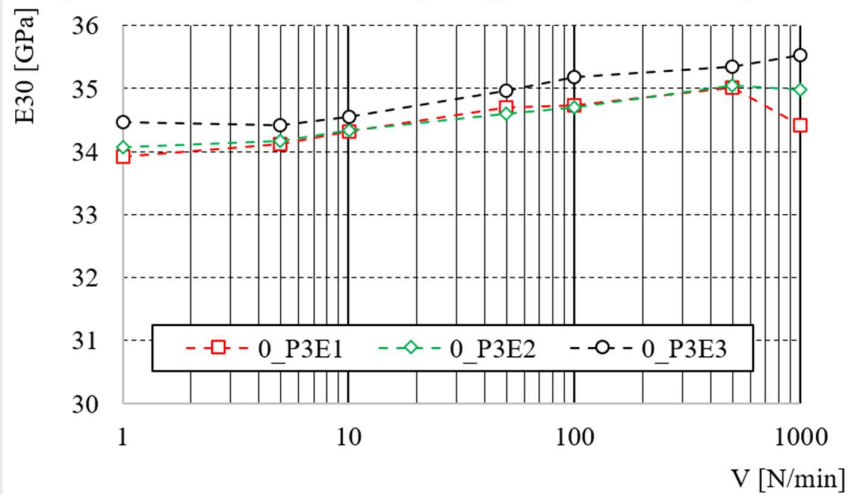



*Figure 2.18: Module sécant à 30MPa par rapport à la vitesse de chargement*

Du fait de la sensibilité du comportement en traction à la vitesse de chargement, on peut conclure de ces essais que le comportement du matériau dans le sens des fibres est

viscoélastique. De plus, le premier cycle montre une déformation plastique dont l'étude sera approfondie dans la partie suivante.

## 2.5 Essais de type charge-décharge à contrainte variable

Des essais de charge/décharge à contrainte variable sont également réalisés. Ils visent à étudier l'influence du niveau de contrainte sur le comportement du matériau, notamment l'apparition de déformation permanente traduisant un comportement plastique. De plus, une éventuelle diminution de la rigidité du matériau permet de déterminer un seuil d'endommagement. Comme les essais précédents à vitesse variable, ces essais doivent permettre de préparer les essais de fluage/recouvrance, qui seront présentés dans le chapitre suivant. En effet, pour déterminer le comportement visco-élastoplastique du composite, il est nécessaire que la contrainte appliquée soit inférieure au seuil d'endommagement.

Comme pour la série d'essais précédente à vitesse de chargement variable, une évaluation du module sera réalisée entre chaque cycle (Figure 2.19). Le déchargement sera fait, comme pour la procédure précédente, par l'ouverture des mors hydrauliques de la machine de traction. Entre chaque cycle, on laisse l'éprouvette recouvrir jusqu'à stabilisation de la déformation.

Cinq éprouvettes fabriquées d'une même plaque ont été testées. Le dispositif expérimental est identique à celui mis en place pour les essais de charge/décharge à vitesse de chargement variable. Les paramètres d'essai sont présentés dans le Tableau 2.4.

La vitesse de chargement est de 50 kN/min, la vitesse maximale possible avec notre machine sans dépasser la consigne. Pour les cycles à partir de 270 MPa, on a réduit la vitesse à 10 kN/min (vue que la rupture se produit dans la proximité de cette valeur), afin de comparer les résultats avec ceux des essais de traction. La fréquence d'échantillonnage a été de 10 Hz.

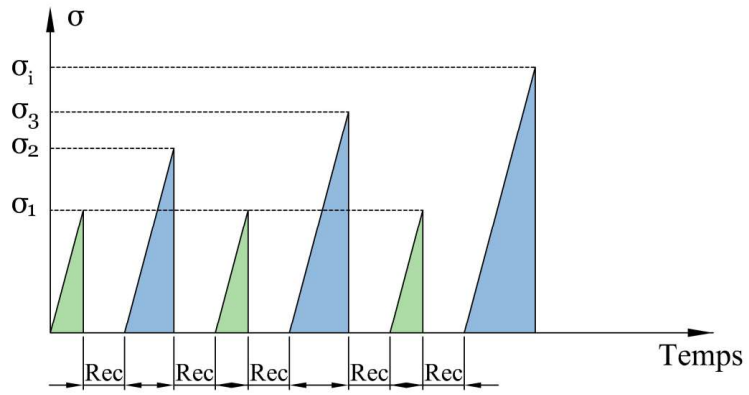



*Figure 2.19: Schéma des essais charge-décharge à contrainte variable*

*Tableau 2.4 : Niveaux de contrainte des essais charge-décharge*

| Incrément | Vitesse Force [kN/min] | Contrainte [MPa] |
|---|---|---|
| 1 | 50 | 30 |
| 2 | | 60 |
| 3 | | 80 |
| 4 | | 100 |
| 5 | | 120 |
| 6 | | 150 |
| 7 | | 180 |
| 8 | | 210 |
| 9 | | 240 |
| 10 | 10 | 270 |

Les signaux de contrainte et de déformation enregistrés pour l'une des éprouvettes testées sont présentés dans la Figure 2.20, (l'ensemble des résultats sont présentés dans l'annexe 1).

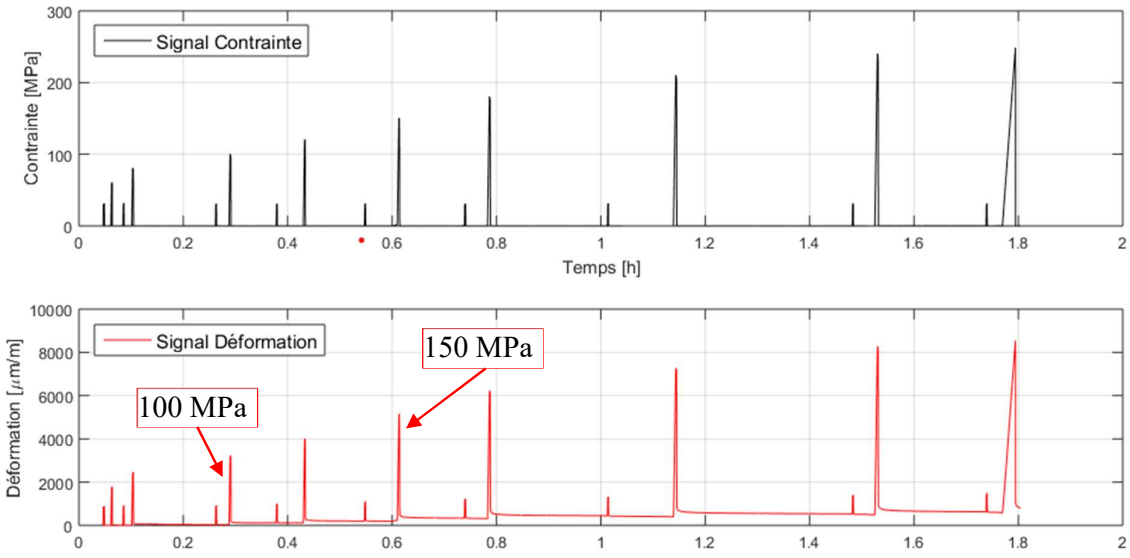
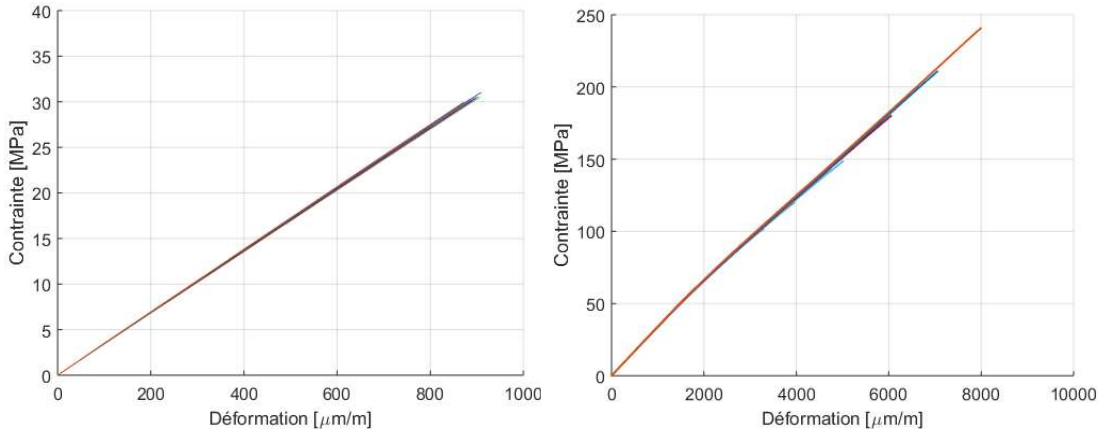



*Figure 2.20: Réponse en déformation de de l'éprouvette 0_P3E5, soumise à des essais de charge/décharge*

Comme pour la série d'essais précédente, on observe une évolution de la déformation lors de la phase de recouvrance. Cela traduit le caractère viscoélastique du comportement du matériau dans le sens des fibres, quel que soit le niveau de contrainte appliquée. De plus, la déformation se stabilise après recouvrance sur une valeur non-nulle qui croit avec la contrainte. Il y a, donc, apparition d'une déformation plastique.

Les essais d'évaluation du module par des essais de charge/décharge à faible niveau de contrainte n'ont pas mis en évidence de baisse de la rigidité lorsque la contrainte appliquée

augmente (Figure 2.21 a et 2.22). La remarque est valable pour les cycles à des charges élevées aussi, Figure 2.21 b.




*a)* *b)*

*Figure 2.21: Découpage du chargement pour l'éprouvette 0_P3E5 : a) Cycles d'évaluation ; b) Cycles à contrainte variable*

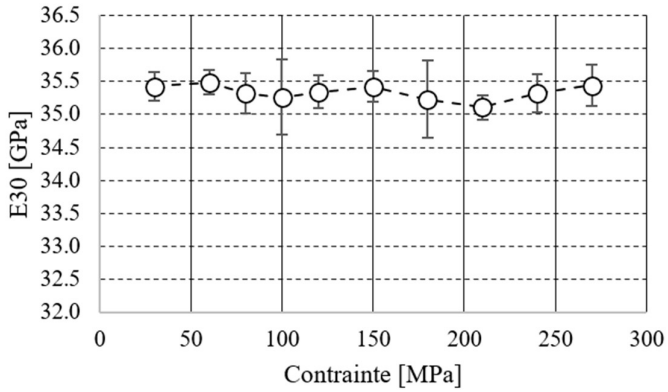



*Figure 2.22: Evolution du module sécant E30 par rapport au niveau de contrainte du cycle testé*

Cependant, le suivi des expériences a aussi relevé le fait que des bruits sont perceptibles à l'oreille à partir de 150-180 MPa pour les éprouvettes testées. Cela pourrait traduire l'apparition d'endommagement au sein du matériau.

Les courbes de traction pour la phase de charge des essais cyclés et celles des essais de traction monotone ont été superposés (Figure 2.23). Aucune modification du comportement du composite n'est observée avec l'augmentation du niveau de contrainte appliqué. La comparaison de la contrainte à la rupture pour les deux types d'essais montre une diminution non-significative de la contrainte à rupture qui passe de 260 ±27,65 MPa, à 251±27,74 MPa.

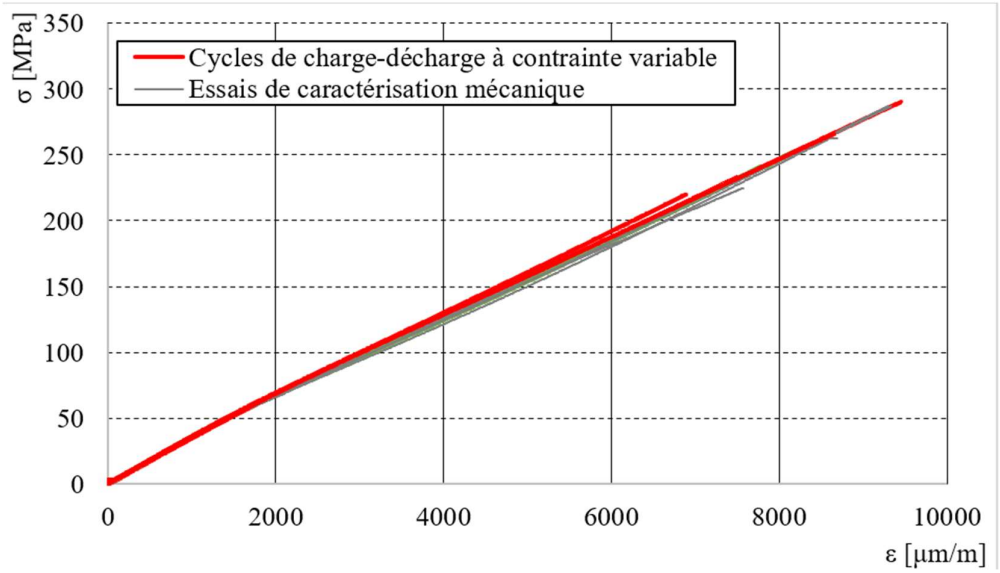



*Figure 2.23: Superposition des essais de traction avec les derniers cycles de charge-décharge*

Pour les éprouvettes testées, on a extrait les déformations plastiques par rapport au niveau de contrainte imposé (Figure 2.24). Une déformation permanente est observée à partir de 60 MPa. Celle-ci évolue linéairement avec la contrainte appliquée.

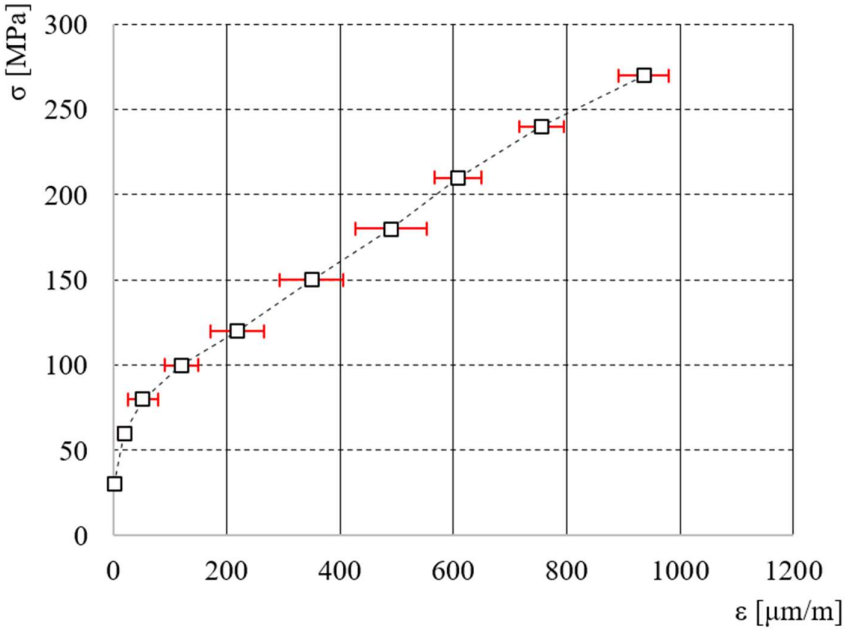



*Figure 2.24: Déformations plastiques par rapport au niveau de contrainte*

## 2.6 Conclusions

Ce chapitre a permis de caractériser le comportement en traction du composite biosourcé dans la direction des fibres. Les essais réalisés ont mis en évidence un comportement

bilinéaire, typique de ce type de matériau composite. Nous nous sommes également intéressés au caractère visco-élastoplastique du comportement.

Des essais de charge/décharge à vitesse de chargement croissante ont été menés. Entre chaque cycle, on laissait le matériau recouvrir. L'augmentation de la vitesse de chargement conduit à une hausse du module caractéristique de la deuxième partie des courbes de traction. Par contre, le module de la première partie reste inchangé. Ces essais permettent également de fixer la vitesse de mise en charge des éprouvettes pour les essais de fluage qui seront présentés dans le chapitre suivant. Les essais à différentes vitesses de chargement ont aussi relevé le fait la vitesse de 50 kN/min représente le meilleur compromis entre la diminution des effets visqueux lors du chargement et les possibilités techniques.

Des essais cyclés de charge/décharge à contrainte variable ont été réalisés. Entre chaque cycle, une phase de recouvrance était effectuée. Aucune diminution de la rigidité n'a été observée pour les différents niveaux de contrainte appliqués. Par contre, on a remarqué l'existence d'une déformation plastique qui augmente avec le niveau de contrainte.

Les informations extraites de ces expériences sont également nécessaires pour la conception de la procédure de caractérisation visco-élastoplastique, procédure qui sera discuté dans le Chapitre 3.

# Chapitre 3 : Essais de caractérisation visco – élastoplastique

## Contenu du Chapitre 3

3.1 Introduction....78

3.2 Essais préliminaires....78

3.2.1 Conception des essais préliminaires....78

3.2.2 Machines et appareils....80

3.2.3 Résultats des essais préliminaires....81

3.3 Essais de fluage-recouvrance à durée de fluage variable....87

3.4 Essais de fluage – recouvrance à contrainte variable....91

3.5 Conclusions....96

## 3.1 Introduction

Dans ce chapitre on discute les résultats de l'étude sur le comportement visco - élastoplastique des composites à renfort de fibre végétale de lin. Les procédures consistent dans des essais de type fluage/recouvrance à des différents paramètres d'essai.

Pour ce faire, des essais préliminaires ont été menées afin de mettre au point un protocole d'essai permettant de rendre le caractère non-linéaire du comportement. Les résultats des essais de fluage/recouvrance à contraintes et à durées variables sont détaillés.

## 3.2 Essais préliminaires

Dans un premier temps, des essais de fluage/recouvrance à contraintes variables ont été réalisés. Ces essais doivent permettre de fixer la durée d'application de la charge durant la phase de fluage. Les niveaux de contraintes appliqués ont été choisis en fonction des résultats de l'étude préliminaire du comportement du matériau, présentée dans le chapitre précédent. Ceux-ci tiennent compte du caractère bilinéaire du comportement du composite en traction dans le sens des fibres. De plus, le niveau de contrainte maximale doit être inférieur au seuil d'endommagement.

Ainsi, les critères à respecter pour la mise au point des essais cyclés de fluage/recouvrance sont :

- Les différents niveaux de contrainte appliqués se situent avant et après le coude de la courbe de traction, afin d'étudier le comportement non-linéaire du matériau ;
- La contrainte maximale appliquée doit être inférieure au seuil d'endommagement ;
- La durée de la période de recouvrance ne doit pas excéder deux jours ;
- La mise en charge des éprouvettes lors de la période de fluage doit être la plus rapide possible afin de limiter l'apparition de déformation viscoélastique avant d'atteindre la consigne ;
- La décharge de l'éprouvette doit également être réalisée le plus rapidement possible lors de la période de recouvrance.

### 3.2.1 Conception des essais préliminaires

Ayant établi ces critères, on a choisi de faire des essais multi-cyclés de fluage-recouvrance (Figure 3.1 a) sur trois éprouvettes. La réponse en déformation du matériau se décompose de la manière suivante (Figure 3.1 b) :

- $\varepsilon_0$ : déformation en chargement ;
- $\Delta\varepsilon_{fl}$ : déformation transitoire en fluage ;
- $\Delta\varepsilon_{Rec}$ : déformation transitoire en recouvrance ;
- $\varepsilon_{pl}$ : déformation permanente.

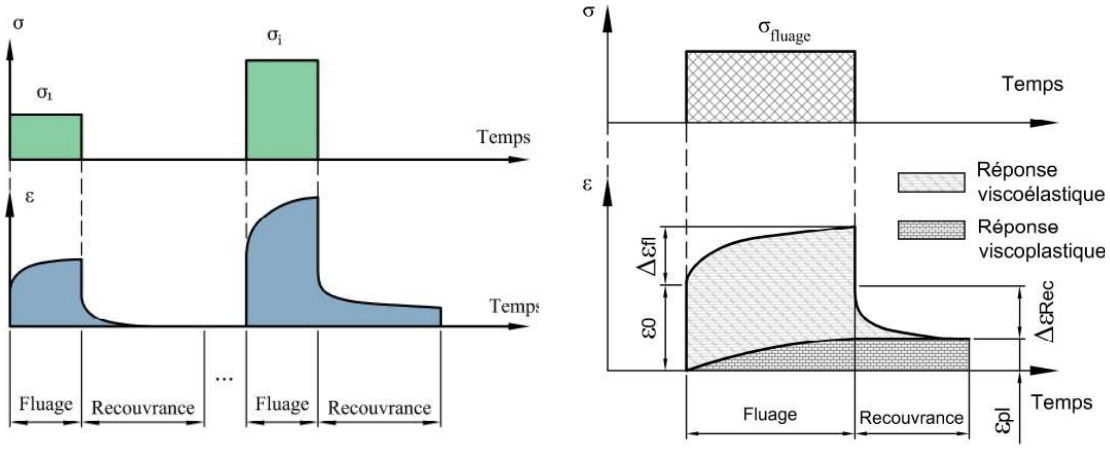



*Figure 3.1 : a) Schéma d'un essai cyclique de fluage/recouvrance ; b) Décomposition de la déformation lors d'un cycle de fluage/recouvrance*

Des essais de fluage/recouvrance à 30 MPa et 100 MPa ont été réalisés. Ces niveaux de contrainte ont été choisis pour être caractéristiques des deux parties du comportement en traction du composite. Elles sont inférieures à la contrainte seuil à partir de laquelle il a été constaté l'émission de bruits possiblement liés à l'endommagement du matériau. Cette contrainte était d'environ 150 MPa, dans les résultats présentés au chapitre précédent.

Trois durées de fluage ont été testées : 1h, 3h et 6h. La fin de la phase de recouvrance a été fixée lorsque la stabilisation de la déformation est atteinte. De plus, une durée minimale de 24 h a été choisie. Le protocole des essais est schématisé dans la Figure 3.2 a) et b).

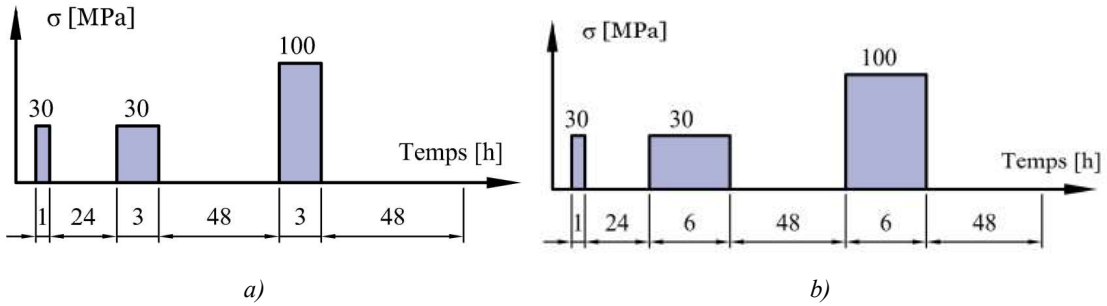



*Figure 3.2 : Schéma des essais préliminaires de fluage/recouvrance : a) durée maximale de fluage de 3 h ; b) durée maximale de fluage de 6 h*

Les niveaux de contrainte appliqués et la durée des essais de fluage pour chaque cycle sont précisés dans le Tableau 3.1.

*Tableau 3.1 : Paramètres de contrainte et de durée de fluage*

| Eprouvette | Cycle 1 | | Cycle 2 | | Cycle 3 | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | Durée [h] | Contrainte [MPa] | Durée [h] | Contrainte [MPa] | Durée [h] | Contrainte [MPa] |
| *0_P7E2* | 1 | 30 | 3 | 30 | 3 | 100 |
| *0_P7E3* | 1 | 30 | 6 | 30 | 6 | 100 |
| *0_P7E8* | 1 | 30 | 3 | 30 | 3 | 100 |

### 3.2.2 Machines et appareils

Toutes les éprouvettes testées en fluage ont été équipées avec des jauges de déformation HBM LY18-6/120 en pont complet. Celles-ci sont les plus adaptées pour la mesure de déformation sur de longues durées. L'enregistrement des déformations a été fait à l'aide du boitier d'acquisition HBM MX840B, présenté dans le chapitre précédent. La fréquence d'échantillonnage choisie est de 2 Hz, qui s'agit comme un compromis entre la nécessité d'enregistrer les variations rapides de déformation au début de chaque phase et l'évolution lente de la déformation lors des phases de recouvrance pour chaque cycle.

Le dispositif avec lequel a été réalisé l'ensemble des essais de fluage/recouvrance est présenté dans la Figure 3.3. Il est constitué, principalement, de deux mécanismes à levier, connectés par une articulation et entraînés par un poids posé sur le plateau de l'extrémité droite du grand levier. L'utilisation des leviers permet d'amplifier le poids afin de charger l'éprouvette avec une force élevée. Dans ce cas, deux leviers montés en série ont permis de multiplier le poids des masses par les deux facteurs d'amplification.

La Figure 3.3 détaille le fonctionnement du dispositif de fluage. Sur la photo à gauche, une masse est vissée sur le plus grand levier pour assurer l'équilibre des forces dans la position déchargée. Une tige est vissée pour le contrôle dans le plan vertical du cadre, selon les dimensions des éprouvettes. Une cellule de force de 20 kN est fixée avec les mors supérieurs, afin de mesurer la force appliquée sur l'éprouvette. Le détail du montage sur la figure de droite montre le pivot du premier levier, l'articulation entre les deux leviers et les mors inférieurs pour le montage de l'éprouvette. Enfin, des goupilles introduites dans les trous du cadre limitent la course des leviers.

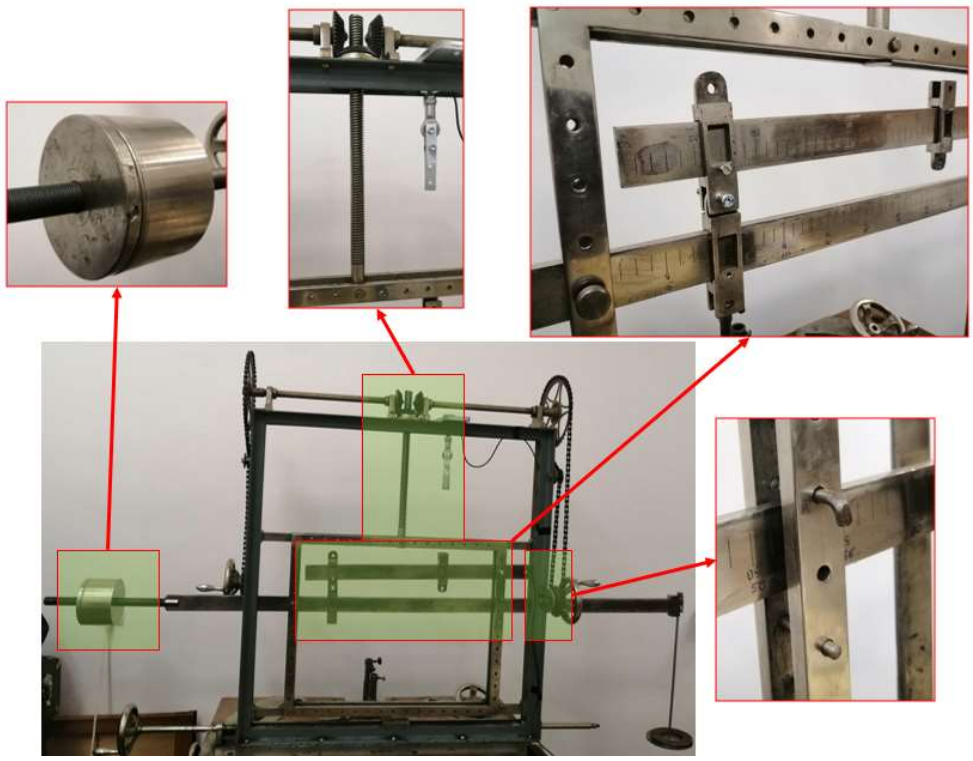


*Figure 3.3 : Description du dispositif utilisé pour les essais de fluage*

L'éprouvette est maintenue dans les mors à l'aide de goupilles. Ce type de montage assure que la force est axiale même si les mors ne sont pas parfaitement alignés.

Pour un bon contrôle de la force appliquée, la cellule de force a été calibrée in-situ.

### 3.2.3 Résultats des essais préliminaires

Dans un premier temps, nous étudions la réponse en déformation du matériau, lors des trois cycles de fluage/recouvrance appliqués, pour les trois éprouvettes testées (Figure 3.4).

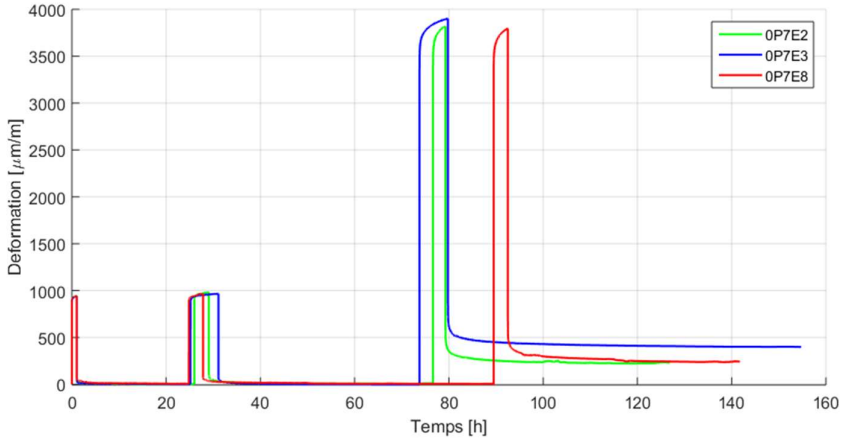



*Figure 3.4 : Réponse en déformation des éprouvettes testées en fluage/recouvrance*

Sur chacun des cycles, la déformation différée observée lors des périodes de fluage traduit un comportement visco-élastoplastique.

Afin d'étudier plus en détail le comportement du matériau, chacun des cycles a été étudié séparément. Lors des cycles de fluage/recouvrance à 30 MPa, aucune déformation permanente n'est observée, quel que soit la durée des périodes de fluage (Figure 3.5 a et b). Le comportement du matériau, pour ce niveau de contrainte, est viscoélastique.

En comparant le dernier cycle à 100 MPa pour les trois éprouvettes (Figure 3.5 c), on note des déformations permanentes plus élevées à la fin de la période de recouvrance, lorsque la durée de fluage augmente de 3 heures à 6 heures. Cela traduit le caractère viscoplastique, donc dépendant du temps, des déformations permanentes du matériau.

Pour l'une des éprouvettes, 0_P7E2, on a extrait les phases de chargement, dans la Figure 3.6, a. Dans la Figure 3.6 b, on a extrait la phase de chargement des derniers cycles, à 100 MPa, ainsi qu'une courbe caractéristique obtenue en traction, afin de comparer les trois éprouvettes.

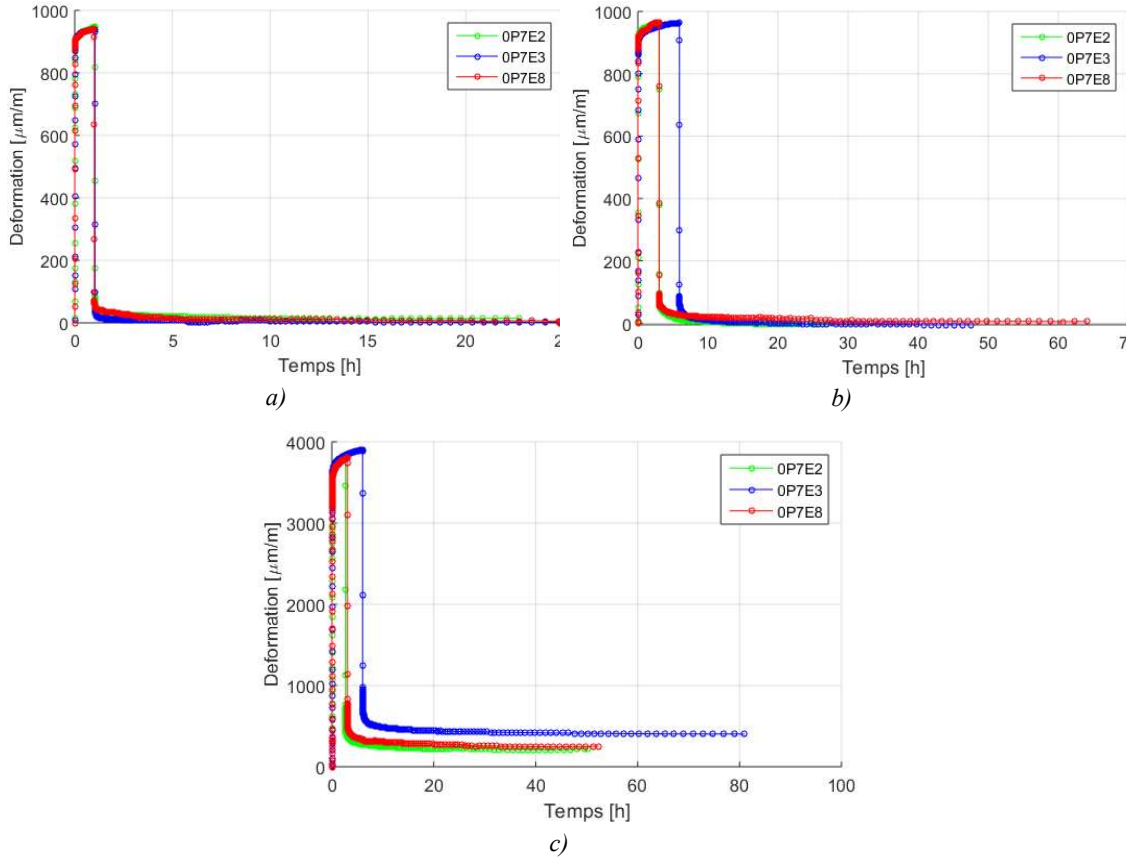
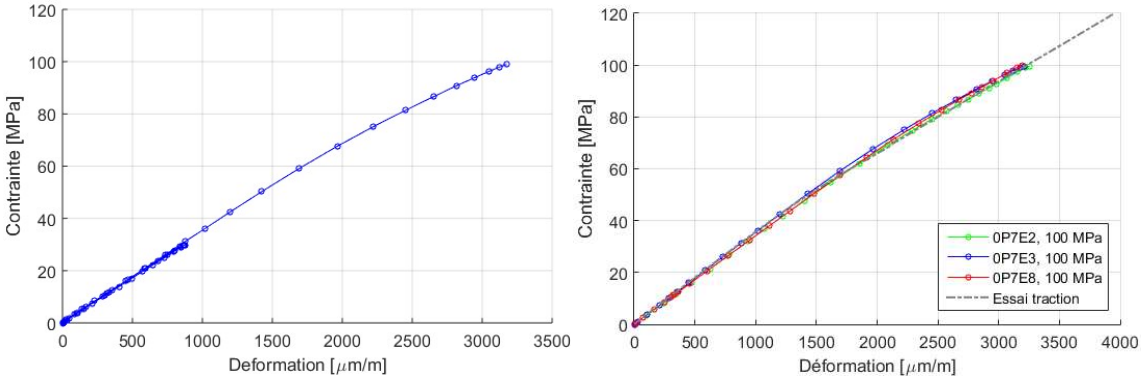



*Figure 3.5 : Découpage par cycle de fluage-recouvrance : a) 30 MPa/1h fluage, b) 30 MPa/3h ou 6h de fluage, c) 100 MPa/3h ou 6 h de fluage*

On remarque que les courbes de chargement pour les différents cycles sont superposées. De plus, le comportement du composite est similaire à celui observé lors des essais de traction monotone pour des vitesses de chargement équivalentes. En effet, la vitesse de chargement pour les cycles à 100 MPa est estimé à environ 26 kN/min, donc comparable aux essais de traction monotone réalisés à des vitesses de 10 kN/mm et 50 kN/min.




*a)* *b)*

*Figure 3.6 : Phase de chargement des essais de fluage-recouvrance : a) tous les chargements de l'éprouvette 0_P7E2 ; b) les chargements à 100 MPa des trois éprouvettes*

L'identification des paramètres du modèle viscoélastique nécessite de séparer la phase de chargement de celle du fluage proprement dit. Pour cela, nous avons utilisé l'évolution du signal de force (Figure 3.7), en considérant que le fluage débute dès que le signal de contrainte est stabilisé. On a, par contre, une certaine incertitude, liée à la fréquence d'échantillonnage de ce signal.

Pour prendre l'exemple de la Figure 3.7, si on considère comme point de début l'un des voisins de celui choisi, on a une variation de déformation entre ces points de 66 µm/m ou bien, une variation relative en pourcentage, de 2,04%.

L'écart entre la contrainte appliquée et la consigne est inférieur à 0.1%. On considère la fin de la phase de chargement lorsque la contrainte se stabilise (Figure 3.7 b).

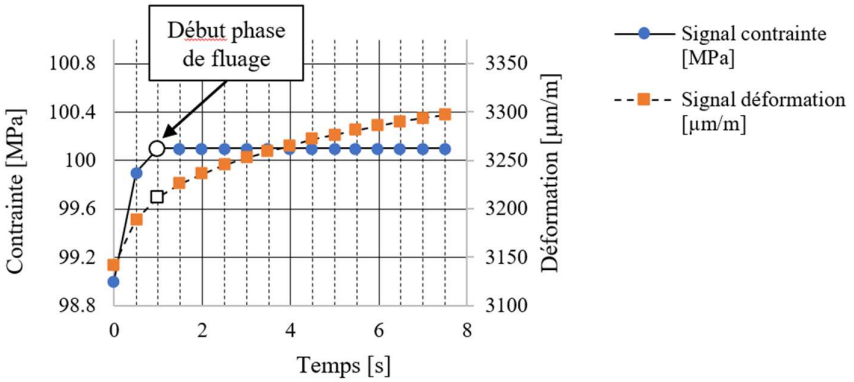



*Figure 3.7 : Signal de contrainte et de déformation pour le cycle à 100 MPa de l'éprouvette 0_P7E8*

Dans la Figure 3.8 a-c, on représente la déformation en fluage des trois éprouvettes pour les trois essais de fluage. La dispersion des résultats est plus importante que dans la phase de chargement de l'éprouvette. Cela est dû aux caractéristiques visqueuses du matériau et aux faibles variations de déformations enregistrées, entre 50 et 100 µm/m à 30 MPa (selon la durée de fluage) et de 500-800 µm/m à 100 MPa. Pour les cycles à 100 MPa, la moitié de la déformation en fluage est atteinte dans les premières minutes.

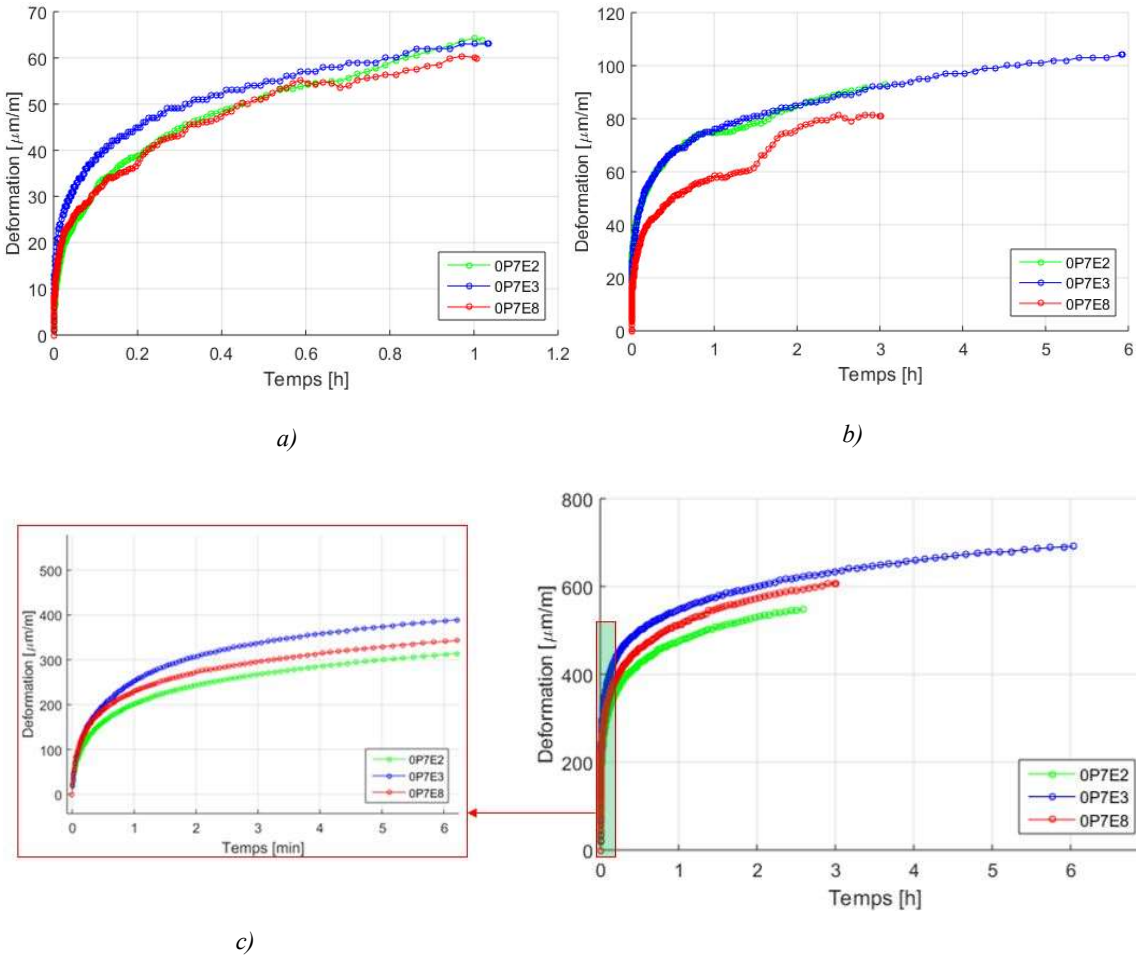
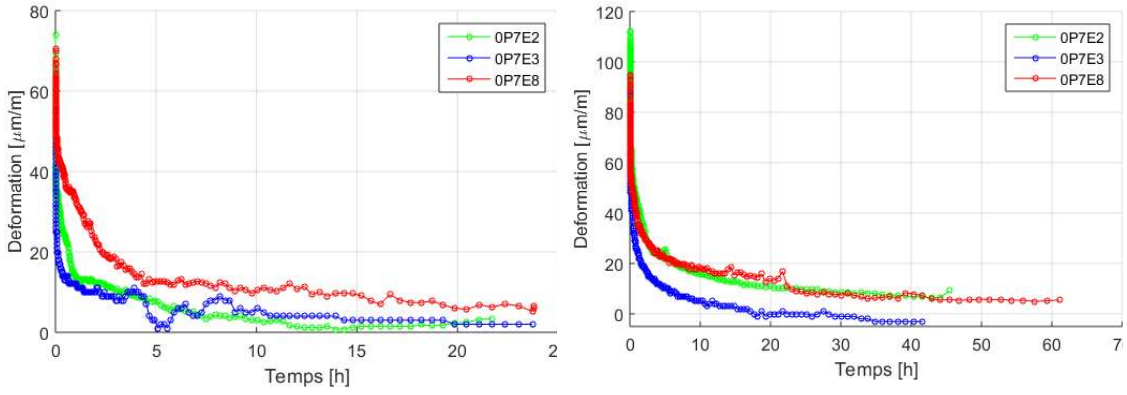
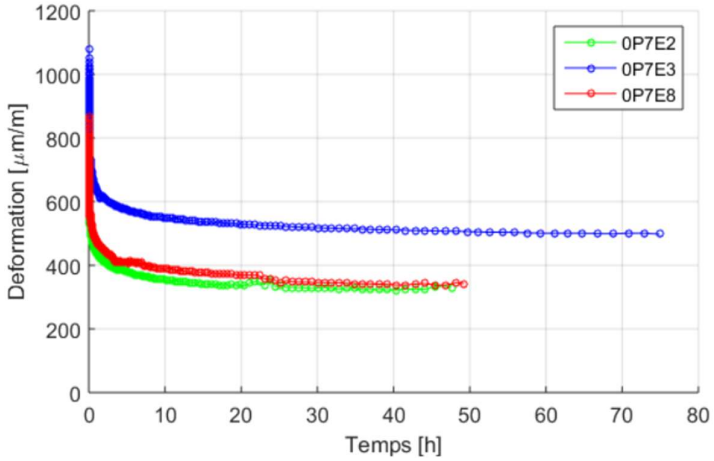



*Figure 3.8 : Evolution de la déformation lors des phases de fluage : a) cycle à 30 MPa/1h, b) cycle à 30 MPa/ 3h ou 6h, c) cycle à 100 MPa/ 3h ou 6h avec zoom des premiers 6 minutes*

La déformation lors de la phase de recouvrance pour chaque cycle a été analysée de manière similaire (Figure 3.9). Pour les essais de fluage réalisés à 30 MPa, la déformation est nulle à la fin de la phase de recouvrance. On constate également que la durée nécessaire pour atteindre la recouvrance complète du matériau augmente avec la durée de la phase de fluage. Elle est comprise entre 5 et 10 heures pour une durée de fluage d'une heure, et entre 20 et 25 heures lorsque la durée du fluage est de 3 heures. Nous choisissons de fixer à 24 heures la durée de la recouvrance pour les essais de fluage à 30 MPa.




*a)* *b)*




*c)*

*Figure 3.9 : Evolution de la déformation lors des phases de recouvrance des essais cyclés : a) cycle à 30 MPa/1h, b) cycle à 30 MPa/ 3h ou 6h, c) cycle à 100 MPa/ 3h (courbe rouge et verte) ou 6h (courbe bleue)*

On constate, également, que la durée de recouvrance augmente avec la contrainte de fluage.

Il est nécessaire que la déformation en recouvrance soit stabilisée afin de pouvoir extraire des informations sur les déformations plastiques. Pour analyser la stabilité, on trace, comme, Turner [162] et Vinet [126] proposent, les courbes de taux de recouvrement, Figure 3.10. Ce taux est défini comme le pourcentage de la déformation en fluage qui recouvre :

$$taux_{rec(t)} = \left(1 - \frac{\varepsilon_{rec(t-tf)}}{\varepsilon_{f(tf)}}\right) * 100 \qquad (3.1)$$

avec

$t_f$ : durée de la phase de fluage ;

$\varepsilon_{rec(t-t_f)}$ : déformation en recouvrance au temps t-$t_f$ ;

$\varepsilon_{f(tf)}$ : déformation en fluage au temps $t_f$.

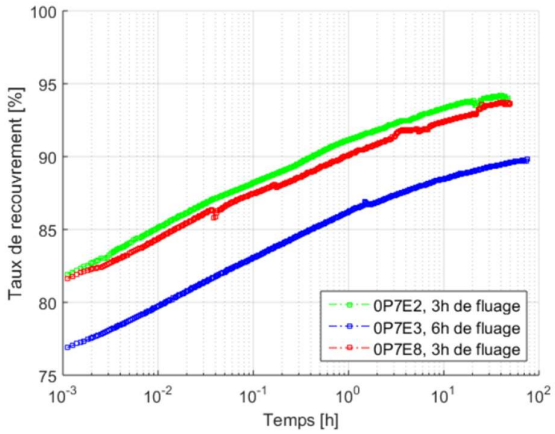



*Figure 3.10 : Taux de recouvrement des essais à 100 MPa*

On voit que le taux de recouvrement ne varie plus, pour les cycles de fluage à 100 MPa/3h a une durée d'approximatif 50 heures. La recouvrance qui suit la phase de fluage de 100 MPa /6h stabilise après plus de 70 h.

Pour ce niveau de contrainte, on limite la durée du fluage à une heure et la recouvrance à 48 heures, afin d'assurer la stabilisation des déformations viscoélastiques et de respecter le critères établis au début du chapitre.

Ces essais préliminaires ont permis d'évaluer le comportement du matériau en fluage/recouvrance selon la contrainte et la durée de fluage. Pour des faibles niveaux de contrainte de fluage, le comportement du matériau est viscoélastique et ne présente pas de déformation permanente à l'issu d'une phase de recouvrance de 24 heures. Pour les essais réalisés en appliquant une contrainte de fluage de 100 MPa, le matériau présente une déformation résiduelle après recouvrance ce qui traduit un comportement plastique. En effet, cette déformation permanente dépend de la durée d'application de la contrainte lors de la phase de fluage, ce qui preuve son caractère visqueux. On note également une augmentation du temps nécessaire pour atteindre la recouvrance complète de la déformation lorsque la contrainte et la durée du fluage augmente.

Dans la suite de l'étude, des essais cyclés de fluage/recouvrance à différents niveaux de contrainte et durée d'application de la contrainte sont réalisés pour caractériser complètement le comportement visco-élastoplastique du composite dans le sens des fibres.

## 3.3 Essais de fluage-recouvrance à durée de fluage variable

On propose une analyse de l'influence de la durée de fluage sur la réponse visco-élastoplastique du matériau. Pour ce faire, des essais de type fluage/recouvrance cyclés ont été effectués sur cinq éprouvettes.

Le protocole expérimental mis en place pour ces essais est identique à celui utilisé pour les essais préliminaires de fluage/recouvrance détaillé dans la partie ci-dessus. Cette série d'essais vise à caractériser l'effet de la durée de la phase de fluage sur le comportement du matériau et plus particulièrement sur la déformation permanente mesurée après recouvrance. La contrainte appliquée durant la phase de fluage est identique pour tous les cycles de l'essai. La contrainte de fluage est égale à 80 MPa, car elle se situe au-dessus de la contrainte séparant les deux parties du comportement en traction. D'après les essais préliminaires précédents, la contrainte est également supérieure au seuil d'apparition d'une déformation permanente, tout en étant suffisamment basse pour ne pas engendrer d'endommagement dans le composite. Les paramètres de contrainte en fluage et les durées de fluage/recouvrance sont présentés dans le schéma de la Figure 3.11.

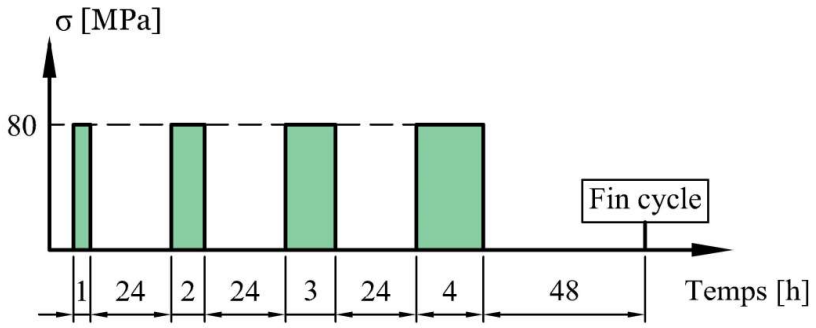



*Figure 3.11 : Schéma des essais cyclés de fluage/recouvrance à durée variable*

La durée des phases de recouvrance a été choisie d'après les résultats des essais préliminaires de fluage/recouvrance. La recouvrance totale de la déformation doit être atteinte à la fin de chaque cycle.

Pour l'une des éprouvettes testées on présente, dans la Figure 3.12, le signal de déformation enregistré. Les résultats pour les quatre autres éprouvettes sont présentés dans l'annexe 2.

Tout d'abord, on observe une augmentation de la déformation permanente après chaque cycle. Cela montre la dépendance de cette déformation avec la durée d'application de la contrainte lors de la phase de fluage. Ce comportement a été observé pour d'autres

composites à matrice polymères [134, 143, 146]. On a, donc, une réponse plastique dépendante du temps, c'est-à-dire un comportement viscoplastique.

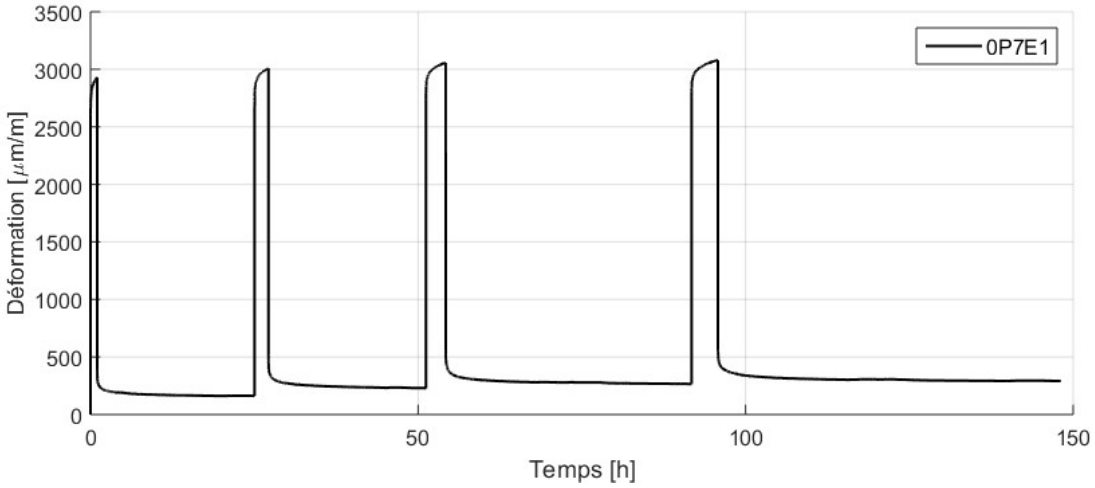



*Figure 3.12 : Evolution de la déformation lors des essais cyclés de fluage/recouvrance à durée variable pour l'éprouvette 0_P7E1*

Comme pour les essais préliminaires précédents, on observe une faible dispersion des courbes de chargement (Figure 3.13). La vitesse de chargement moyenne a été de 39±9,6 kN/min. On a obtenu, dans ces conditions, un module sécant à 80 MPa de 32,54±0,75 GPa, valeur qui est en concordance avec les résultats des essais de charge-décharge à vitesse variable.

Les Figures 3.14 et 3.15 représentent l'évolution de la déformation transitoire en fluage lors de chaque cycle. Comme pour les essais préliminaires, la dispersion des résultats est plus importante que pour la phase de chargement. Cette dispersion est plus importante pour le premier cycle de fluage/recouvrance. On remarque que la déformation transitoire en fluage, qui est la somme de la déformation viscoélastique et celle plastique, diminue à chaque cycle, malgré l'augmentation de la durée de la phase de fluage. Pour expliquer ce phénomène, on remarque que l'accroissement de la déformation permanente diminue à chaque cycle (Figure 3.17). Par ailleurs, cela pourrait expliquer une dispersion plus importante des résultats pour le premier cycle par rapport aux cycles suivants.

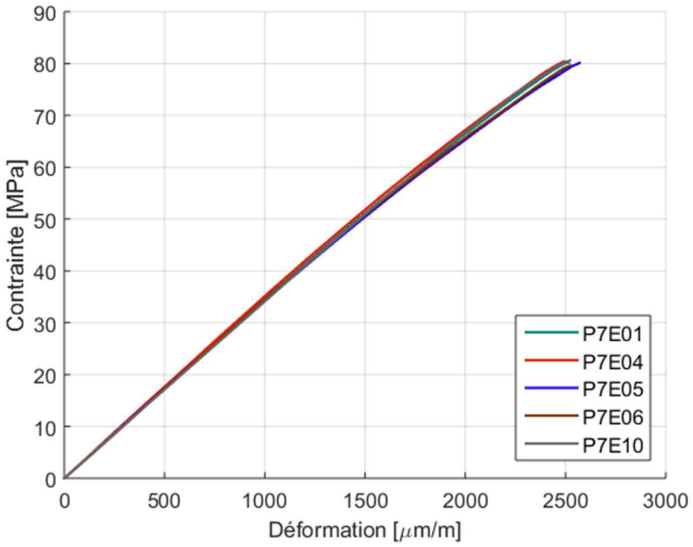



*Figure 3.13 : Phases de chargement du premier cycle*

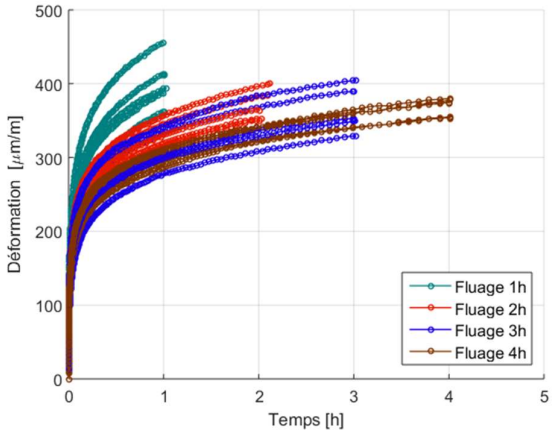



*Figure 3.14 : Evolution de la déformation transitoire en fluage des cinq éprouvettes testées*

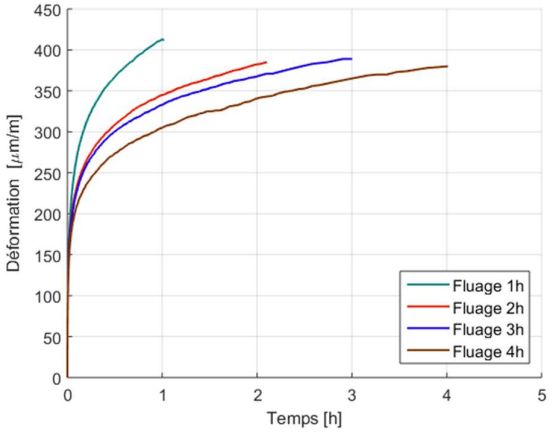



*Figure 3.15 : Evolution de la déformation transitoire en fluage pour l'éprouvette 0_P7E1*

On analyse ensuite l'évolution de la déformation lors de la phase de recouvrance (Figure 3.16). La dispersion des résultats est moins importante que pour la phase de fluage. Seule l'éprouvette 0_P7E6 donne des résultats sensiblement différents des autres. Les résultats pour cette éprouvette ne seront pas pris en compte dans la suite.

On s'intéresse plus particulièrement à l'évolution de la déformation permanente (c'est-à-dire la déformation résiduelle lorsque la déformation se stabilise) à chaque cycle, Figure 3.17 a). Nordin et Varna [143] montrent que la déformation plastique obtenue lors d'un cycle à longue durée de fluage est la même qu'à la fin de plusieurs cycles courtes cumulant la même durée en fluage, tel que, dans la suite, on utilise la notion de *durée cumulée de fluage*. Par ailleurs, l'évolution de la déformation permanente en fonction de la durée de fluage est linéaire en représentation logarithmique (Figure 3.17 b). Ce phénomène a été mis en évidence pour d'autres composites à matrice polymère [163, 164].

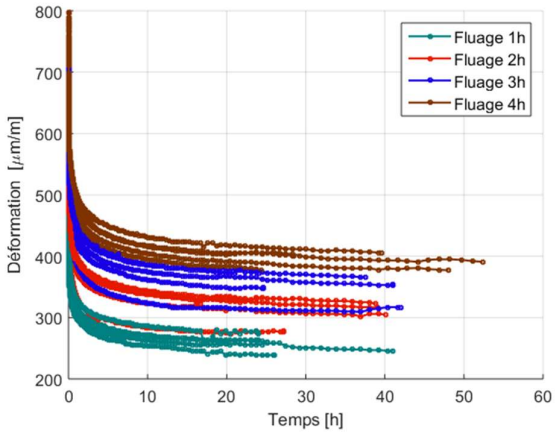
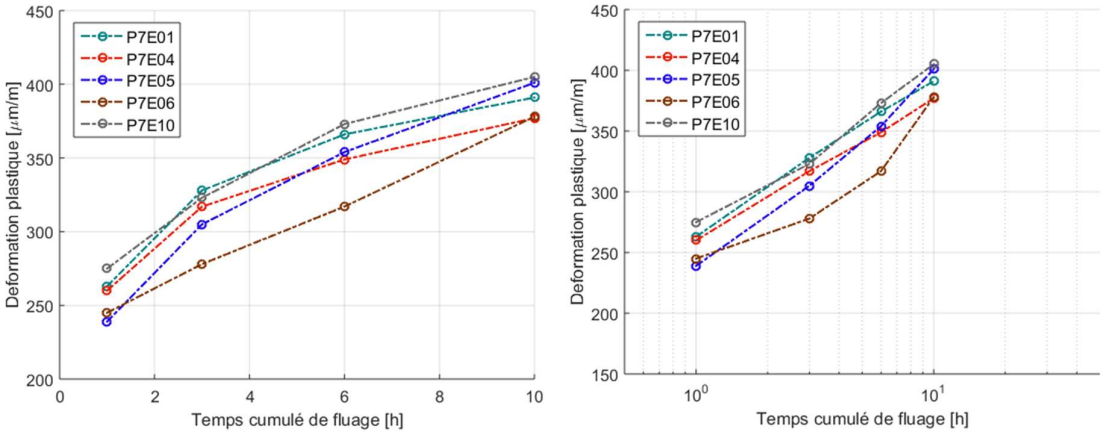



*Figure 3.16 : Phases de recouvrance des 5 éprouvettes testées*




*a)* *b)*

*Figure 3.17 : Evolution de la déformation permanente en fonction de la durée de la phase de fluage a) en échelle linéaire ; b) en échelle logarithmique*

## 3.4 Essais de fluage – recouvrance à contrainte variable

On s'intéresse maintenant à l'influence de la contrainte de fluage sur l'évolution de la déformation transitoire lors des phases de fluage des essais cyclés, ainsi que sur les déformations permanentes mesurées à la fin des phases de recouvrance. Il s'agit de caractériser, d'une part le caractère non-linéaire du comportement viscoélastique du matériau, et d'autre part de compléter la caractérisation du comportement viscoplastique. En effet, les essais de traction monotone réalisés sur ce composite dans le sens des fibres ont mis en évidence un comportement non-linéaire et dépendant de la vitesse de chargement.

On réalise des essais cyclés de fluage/recouvrance à contrainte croissante. 5 éprouvettes ont été testés. Le dispositif expérimental utilisé est similaire à celui utilisé dans les essais discutés déjà dans ce chapitre. La vitesse de chargement moyenne calculée a été de 39±9,6 kN/min.

Les niveaux de contraintes appliquées sont choisis pour tenir compte du caractère bilinéaire du comportement en traction (Tableau 3.2). La contrainte maximale est de 100 MPa afin de rester inférieur au seuil d'endommagement du composite.

Tableau 3.2 *: Paramètres des essais de fluage-recouvrance à contrainte variable*

| | Contrainte [MPa] | Durée fluage [h] | Durée recouvrance [h] |
|---|---|---|---|
| *Cycle 1* | 30 | 1 ou 3 | 24 |
| *Cycle 2* | 60 | 1 | 24 |
| *Cycle 3* | 80 | 1 | 24 |
| *Cycle 4* | 100 | 1 | 48 |

Les résultats des essais cyclés sont présentés dans la Figure 3.18. On note une faible dispersion globale des résultats. Les résultats ont été analysés de la même manière que la série d'essais précédentes, en séparant les phases de chargement de l'éprouvette, de fluage et de recouvrance pour chaque cycle.

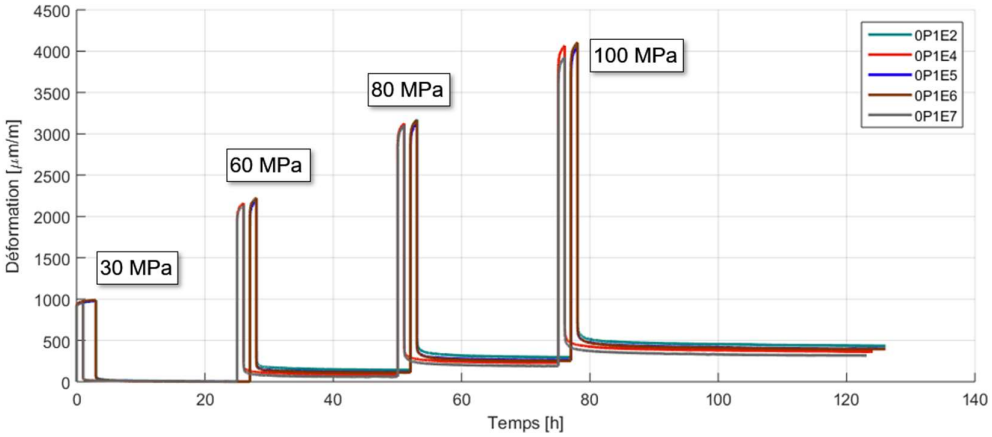
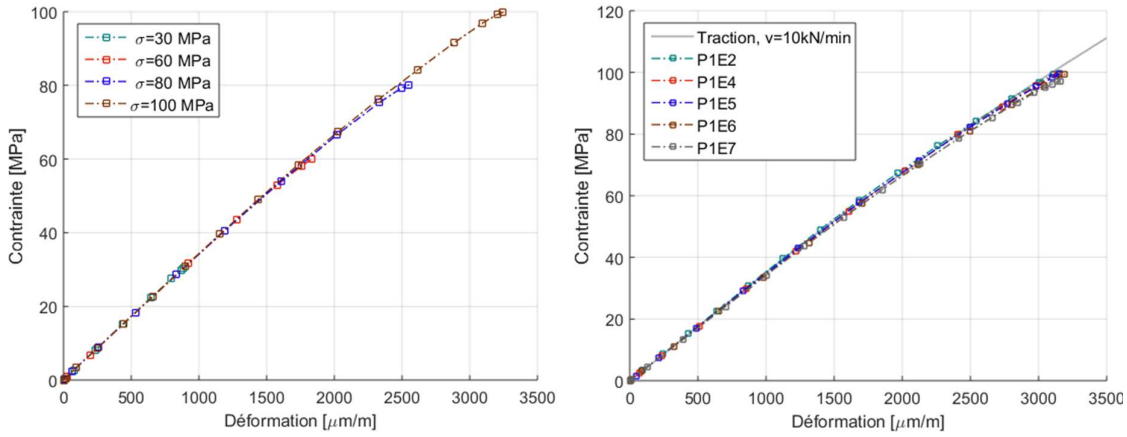



*Figure 3.18 : Evolution de la déformation lors des essais cyclés de fluage/recouvrance à contrainte variable*

On présente dans la Figure 3.19 a) les courbes de chargement en traction de l'une des éprouvettes pour les quatre niveaux de contrainte testés, tandis que la Figure 3.19 b) on présente les courbes de chargement en traction jusqu'à 100 MPa pour les cinq éprouvettes testées ainsi que la courbe caractéristique obtenue lors d'un essai de traction monotone. Sur ces courbes, les déformations permanentes des cycles précédents ont été soustraites afin de pouvoir les comparer.




*a)* *b)*

*Figure 3.19 : Courbes de chargement : a) 0P1E2 ; b) 5 éprouvettes, 100 MPa*

On remarque une très faible dispersion des résultats pour la phase de chargement pour l'ensemble des éprouvettes testées. Les courbes sont également identiques pour l'ensemble des cycles et l'essai de traction monotone. L'augmentation de la contrainte de fluage à chaque cycle ne modifie pas la rigidité du matériau.

L'analyse des courbes de fluage (Figure 3.20) montre une dispersion réduite des résultats, qui augmente à chaque cycle. Cette dispersion est néanmoins plus élevée que dans la

phase de chargement. Cela a été observée pour d'autres matériaux, tel que les composites à fibre courte de lin [105] ou l'adhésive FM73 [165]. L'écart est plus important pour les résultats de l'éprouvette 0P1E7, pour le dernier cycle à 100 MPa. Cette différence s'explique par une contrainte appliquée de 97.5 MPa et non de 100 MPa.

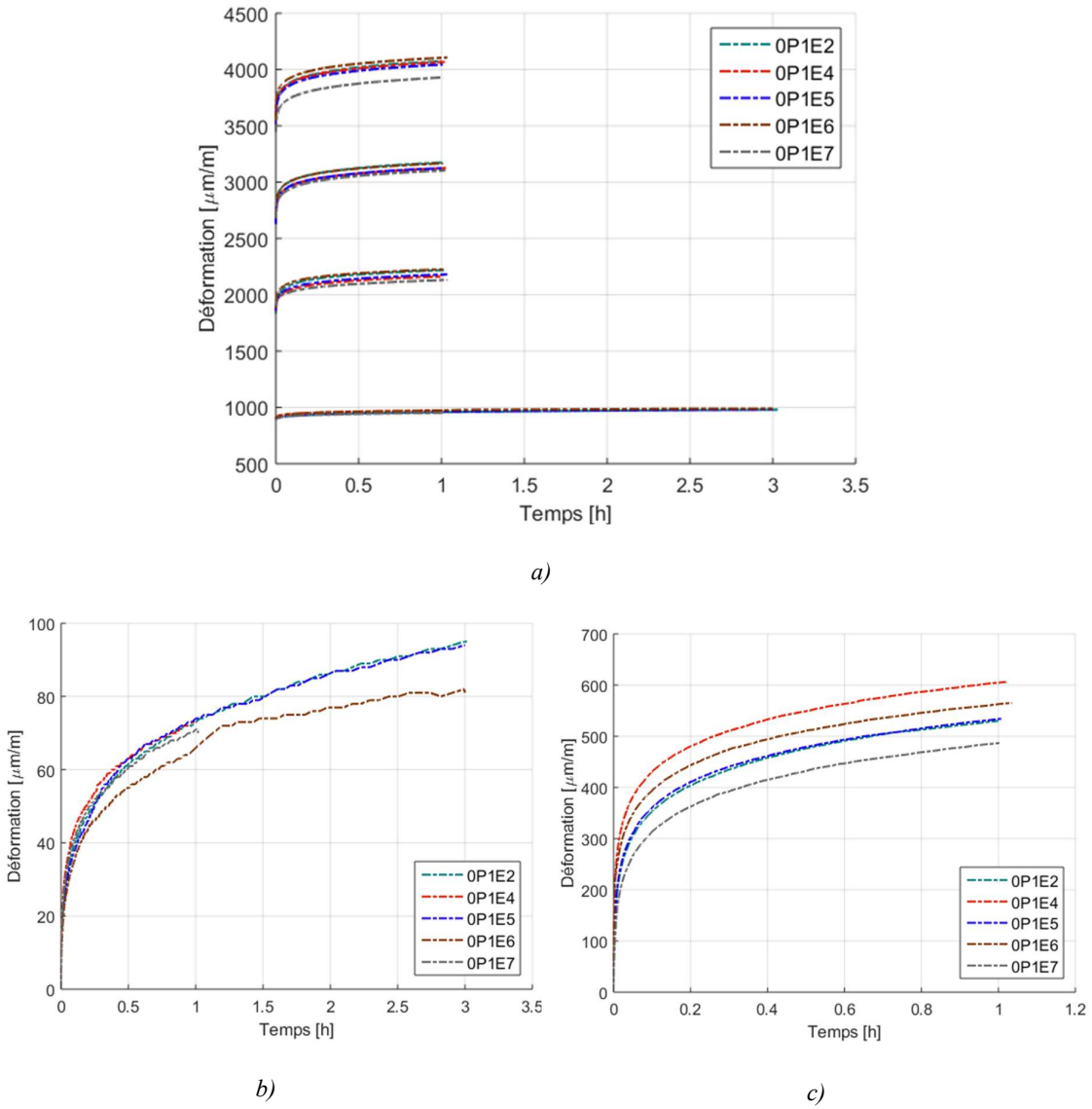



*Figure 3.20 : Evolution de la déformation de la phase de fluage : a) ensemble des résultats pour les 5 éprouvettes testées ; b) résultats pour le cycle à 30 MPa ; c) résultats pour le cycle à 100 MPa*

Les courbes de recouvrance (Figure 3.21) mettent en évidence une augmentation de la déformation permanente quand la contrainte de fluage augmente. Comme pour les essais préliminaires, aucune déformation permanente n'est observée à la fin de la phase de recouvrance pour une contrainte de fluage de 30 MPa.

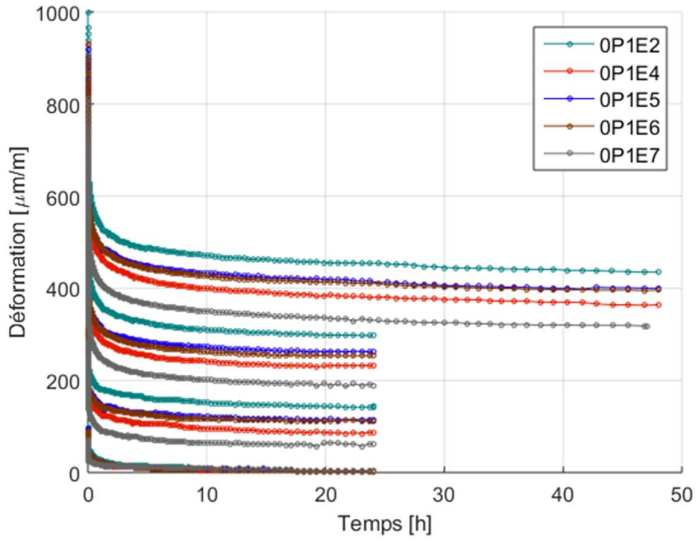
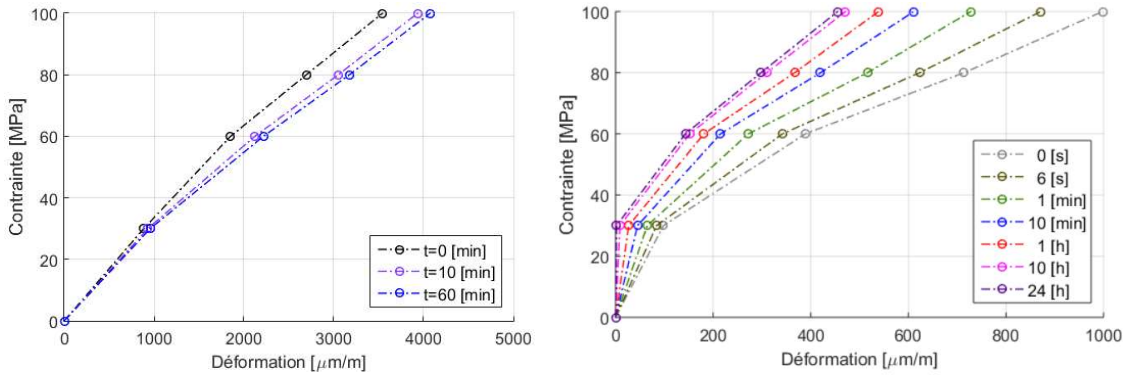



*Figure 3.21 : Phases de recouvrance des cinq éprouvettes testées*

Dans la suite, nous cherchons à mettre en évidence le caractère non-linéaire du comportement mécanique du composite dans le sens des fibres. Pour ce faire, on a tracé les courbes isochrones en fluage et en recouvrance pour l'une des éprouvettes, 0_P1E2 à différents temps (Figure 3.22).

Ces courbes montrent que le comportement est non-linéaire pour des niveaux supérieurs à 30 MPa. Les courbes isochrones de fluage ne permettent pas de conclure sur l'origine de la non-linéarité du comportement, car il n'est pas possible de distinguer la déformation viscoélastique et la déformation viscoplastique. Par contre, la phase de recouvrance offre des informations dissociées. Ainsi, on voit clairement que le comportement viscoélastique est non-linéaire. De plus, la dernière courbe (à 24 heures) montre les déformations plastiques. Pour s'assurer que la recouvrance est stabilisée, on trace les courbes de taux de recouvrement pour les résultats de cette éprouvette, dans la Figure 3.23.




*a)* *b)*

*Figure 3.22 : Courbes isochrones pour l'éprouvette 0P1E2 : a) en fluage ; b) en recouvrance*

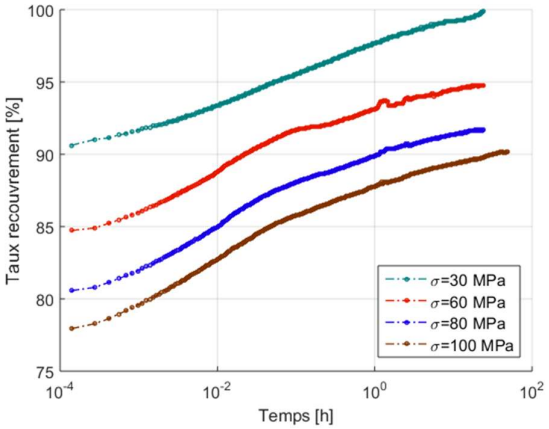



*Figure 3.23 : Taux de recouvrement pour l'éprouvette 0P1E2*

On note que le taux de recouvrement du cycle à 30 MPa de fluage stabilise à 100 %, ce qui est remarqué dans les courbes de recouvrance aussi. Par contre, les courbes des cycles à contraintes plus élevées stabilisent vers un plateau inférieur à 100%, ce qui confirme le recouvrement incomplet.

En ce qui concerne la quantification des phénomènes, on va se rapporter aux déformations en chargement. Le fluage, pour le premier cycle, à 30 MPa, donne une réponse transitoire qui vaut 10% de la déformation en chargement, tandis que les cycles à des niveaux supérieurs donnent des valeurs de 17±1%. Ces observations confirment que le matériau présente un cumul de réponse élastique, viscoélastique non-linéaire et viscoplastique.

Pour ce dernier type de réponse, on a extrait, dans la Figure 3.24, son évolution par rapport au niveau de contrainte. Il est à noter que la déformation viscoplastique est entièrement dépendante de l'historique de chargement [159], qui ne peut pas être dissocié. Ainsi, ce qu'on représente dans la figure est la déformation viscoplastique cumulée.

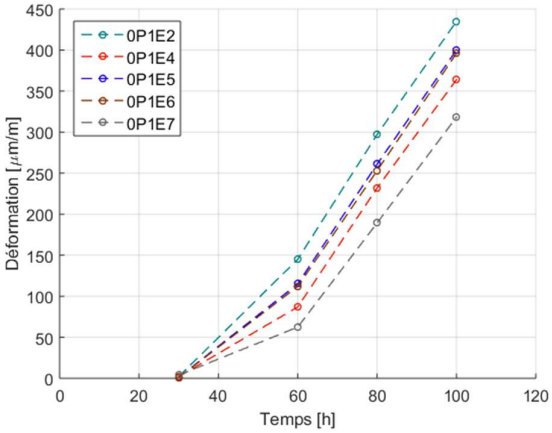



*Figure 3.24 : Déformations viscoplastiques cumulées des cinq éprouvettes testées*

De cette figure on remarque que la déformation plastique au niveau de 30 MPa est nulle et que, pour les autres niveaux, l'évolution est linéaire. Par suite de ces considérations, on conclut que les déformations viscoplastiques apparaissent à partir d'un seuil, $\sigma_{seuil}$.

## 3.5 Conclusions

Le troisième chapitre a été consacré à l'étude expérimentale du comportement visco-élastoplastique du matériau composite à renfort de fibre de lin longue.

Un set d'essais préliminaires de type fluage-recouvrance a permis de clarifier l'existence d'un comportement visco-élastoplastique, dépendant de la charge appliquée et de sa durée de d'application. On a constaté l'absence des déformations viscoplastiques pour des niveaux faibles de contrainte.

Ces essais ont aussi servi comme point de début pour la conception d'une procédure expérimentale ciblée à quantifier ces phénomènes.

On a, ainsi, conçu une campagne qui consiste en deux types d'essais de fluage-recouvrance, l'un qui vise l'étude de la dépendance par rapport à la durée de d'application d'une charge et l'autre la dépendance par rapport au niveau de la charge appliquée. Ces deux types d'essais ont été effectués sur deux lots de cinq d'éprouvettes afin d'analyser la dispersion des résultats.

L'étude sur l'influence de la durée de fluage à 80 MPa a relevé que la déformation viscoplastique varie selon une droite en échelle logarithmique par rapport au temps cumulé de fluage (la durée totale de fluage que l'échantillon a subi). La dispersion des effets visqueux s'est avérée d'être légèrement plus élevée par rapport à celle des effets élastiques.

Le deuxième type d'essai, à contrainte de fluage variable, a permis d'extraire des informations sur les deux types de réponse en temps. Les déformations viscoplastiques apparaissent à partir d'un seuil (qui a été extrapolé dans ce travail) et elles augmentent par rapport à la charge appliquée. Le comportement viscoélastique observé est non-linéaire pour des charges élevées.

Les résultats de cette campagne expérimentale ont exposé le type de réponse des composites à matrice époxy renforcée avec des fibres de lin longues. En dehors de cette information, on a obtenu aussi une base de données qui permet de modéliser ce comportement.

La loi utilisée pour décrire le comportement, la procédure d'identification de ses paramètres ainsi que les résultats de la modélisation font le sujet du quatrième chapitre.

# Chapitre 4 : Identification de la loi de comportement visco-élastoplastique

## Contenu du Chapitre 4


4.1 Introduction.....100

4.2 Procédure d'identification des paramètres de la loi de comportement.....100

4.2.1 Modélisation de la déformation viscoplastique.....102

4.2.2 Modélisation de la déformation viscoélastique linéaire.....105

4.2.3 Identification des paramètres de non-linéarité.....107

4.3 Résultats de l'identification des paramètres du modèle et discussion.....109

4.3.1 Paramètres du modèle de viscoplasticité.....109

4.3.2 Paramètres du modèle de viscoélasticité linéaire.....110

4.3.3 Paramètres du modèle de viscoélasticité non-linéaire.....113

4.4 Conclusions.....115

## 4.1 Introduction

L'objectif de ce chapitre est de présenter les modèles retenus pour représenter le comportement mécanique du composite biosourcé dans le sens des fibres. Les essais de fluage/recouvrance présentés dans le chapitre précédent ont montré l'existence de déformations viscoélastiques non-linéaires et viscoplastiques. Le modèle de Schapery, déjà utilisé dans d'autres travaux sur les matériaux composites, a été utilisé pour décrire le comportement viscoélastique. Le modèle de Zapas-Crissman a été choisi pour rendre compte des déformations non-recouvrables obtenues à l'issu d'un cycle de fluage/recouvrance.

L'identification des paramètres du modèle de Schapery a été réalisé à partir des essais de fluage/recouvrance à contrainte variable. Ces essais permettent de mettre en évidence le caractère non-linéaire de la déformation viscoélastique. Les essais de fluage/recouvrance à contrainte variable et à durée de fluage variable ont montré la dépendance de la déformation viscoplastique en fonction du niveau de contrainte et de la durée de fluage. Les résultats de essais sont, alors, utilisés pour identifier les paramètres du modèle de Zapas-Crissman.

## 4.2 Procédure d'identification des paramètres de la loi de comportement

L'identification des paramètres des modèles utilise les résultats des essais cyclés de fluage/recouvrance à contrainte variable et à durée variable.

La Figure 4.1 décompose l'évolution de la déformation lors d'un essai cyclé de fluage/recouvrance en une partie élastique instantanée, une partie viscoélastique recouvrable et une déformation viscoplastique permanente.

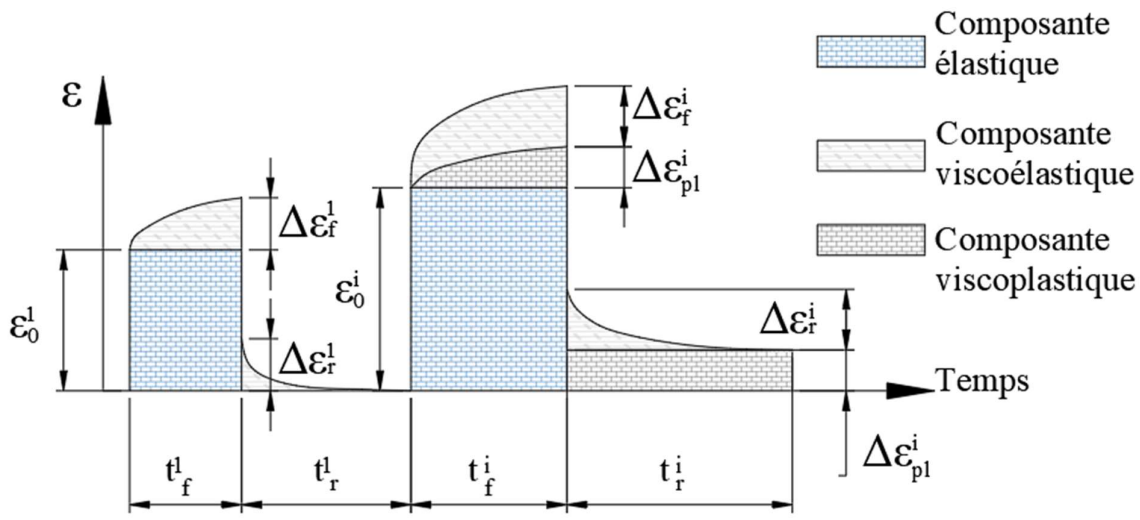



*Figure 4.1 : Schéma détaillée de la réponse en fluage*

Dans la figure, on a :

- $t_f^i$ : durée de la phase de fluage pour le i$^{ème}$ cycle ;
- $t_r^i$ : durée de la phase de recouvrance pour le i$^{ème}$ cycle ;
- $\varepsilon_0^i$ : déformation instantanée pour le i$^{ème}$ cycle ;
- $\Delta\varepsilon_f^i$ : déformation viscoélastique en fluage pour le i$^{ème}$ cycle ;
- $\Delta\varepsilon_r^i$ : déformation viscoélastique en recouvrance pour le i$^{ème}$ cycle ;
- $\Delta\varepsilon_{pl}^i$ : déformation viscoplastique pour le i$^{ème}$ cycle.

Dans le cours de la discussion, les informations liées au domaine linéaire du modèle de Schapery auront l'exposant 1.

La base de données obtenue lors des essais présentées dans les paragraphes précédents est suffisante pour alimenter les modèles capables à décrire les composantes viscoplastique et viscoélastique non-linéaire.

Pour la déformation viscoplastique, plusieurs modèles ont été proposés. Parmi ceux-ci, le modèle de Zapas et Crissman [142] s'est avéré d'être le plus approprié pour les matériaux composites à matrice polymère :

$$\varepsilon_{pl(t)} = C_{pl}\left(\int_0^t \sigma_{(\tau)}^M d\tau\right)^m \qquad (4.1)$$

Où $C_{pl}$, M et m sont les trois paramètres adimensionnels du modèle de matériau à identifier. Ce modèle traduit la dépendance de la déformation viscoplastique avec l'histoire du chargement.

Plusieurs modèles viscoélastiques non-linéaires ont été proposés pour décrire le comportement de matériaux isotropes [119, 129], ou anisotropes comme les composites [128, 146, 166, 167]. Le modèle de Schapery, déjà utilisé pour les matériaux composites, a été choisi. Il représente une forme de la loi de Boltzman adaptée au domaine non-linéaire par quatre fonctions spécifiques.

Sa formulation unidimensionnelle s'écrit :

$$\varepsilon_{(t)} = g_0^\sigma D_0 \sigma + g_1^\sigma \int_0^t \Delta D_{(\psi-\psi')} \frac{d(g_2^\sigma \sigma)}{d\tau} d\tau \qquad (4.2)$$

avec

$$\psi(t) = \int_0^t \frac{d\tau}{a^\sigma} \qquad (4.3)$$

où :

- $D_0$ : compliance instantanée dans le domaine linéaire ;
- $\Delta D_{(\psi)}$ : compliance transitoire dans le domaine linéaire ;
- $\psi$ : temps réduit ;
- $g_0^\sigma$ : fonction non-linéaire associée à la réponse instantanée ;
- $g_1^\sigma$ : fonction non-linéaire associée à la réponse transitoire ;
- $g_2^\sigma$ : fonction non-linéaire associée à la variation de la charge ;
- $a^\sigma$ : fonction non-linéaire associée à l'accélération des phénomènes visqueux.

Dans la suite du chapitre, nous décrivons la procédure d'identification des paramètres des modèles utilisés du comportement visco-élastoplastique.

### 4.2.1 Modélisation de la déformation viscoplastique par le modèle de Zapas et Crissman

L'identification des paramètres du modèle de Zapas et Crissman fait appel à la connaissance de la déformation permanente après recouvrance des essais cyclés de fluage/recouvrance. Les essais ont montré que la déformation permanente dépendait à la fois de la contrainte appliquée et de la durée du fluage.

Pour un cycle de fluage de durée $t_f$, à contrainte $\sigma$, l'intégrale (4.1) devient :

$$\varepsilon_{pl(t_f)} = C_{pl}\left(\sigma^M \int_0^{t_f} d\tau\right)^m \tag{4.4}$$

$$\varepsilon_{pl(t_f)} = C_{pl}\sigma^{M\cdot m} \cdot t_f^m \tag{4.5}$$

Pour la phase de recouvrance consécutive au fluage, la déformation viscoplastique n'évolue pas :

$$\varepsilon_{pl(t_f+t_r)} = C_{pl}\sigma^{Mm} t_f^m \tag{4.6}$$

Avec $t_r$ la durée de la phase de recouvrance.

Du fait de l'absence de déformation viscoplastique supplémentaire durant les phases de recouvrance, la déformation viscoplastique cumulée après n cycles de fluage/recouvrance au même niveau de contrainte est donnée par :

$$\varepsilon_{pl}^n = C_{pl} \cdot \sigma^{M\cdot m} \cdot \left(\sum_{i=1}^{n} t_f^i\right)^m \tag{4.7}$$

avec $t_f^i$ la durée du fluage pour le i$^{ème}$ cycle et $\varepsilon_{pl}^n$ la déformation viscoplastique totale accumulée après n cycles et mesurée après recouvrance. L'interruption du fluage par une phase de recouvrance ne modifie pas l'évolution de la déformation viscoplastique. Il est, ainsi, possible de déterminer l'influence de la durée de fluage sur la déformation viscoplastique.

Les essais cyclés de fluage/recouvrance à contrainte variable sont utilisés pour caractériser l'influence du chargement sur la déformation viscoplastique. La durée de fluage $t_f$est identique pour chaque cycle, mais la contrainte appliquée augmente à chaque cycle. Comme précédemment, les phases de recouvrance ne modifient pas la déformation viscoplastique. La déformation permanente obtenue après n cycles s'écrit :

$$\varepsilon_{pl}^n = C_{pl} \cdot t_f^m(\sigma_1^M + \cdots + \sigma_n^M)^m = C_{pl} \cdot t_f^m \cdot \left(\sum_{i=1}^{n} \sigma_i^M\right)^m \tag{4.8}$$

Avec $\sigma_i$ la contrainte de fluage pour le i$^{ème}$ cycle et $t_f$ la durée de la phase de fluage.

L'équation (4.8) montre que la déformation plastique dépend de l'histoire du chargement. Des travaux antérieurs ont montré que M était plus grand que 1. Giannadakis [144] et Nordin [143], par exemple, arrivent à des valeurs de 17.55 et 9.35 respectivement, pour les matériaux qu'ils ont étudiés (composites fibre de verre-résine époxyde et composites de phénol formaldéhyde à renfort de papier).

Pour simplifier le modèle, on considère que la déformation plastique cumulée du i$^{ème}$ cycle peut être approximée par la relation :

$$\varepsilon_{pl}^{i} = C_{pl} t_f^m \sigma_i^{Mm} \tag{4.9}$$

Dans la Figure 4.2, on représente l'évolution de la déformation plastique à la fin de la recouvrance pour 4 cycles en utilisant les équations (4.8) et (4.9). Les paramètres utilisés sont tirés de Nordin [143]: C=1.49E-08, M=9.35 et m=0.32 et en considérant la durée de fluage d'une unité de temps (une heure, dans notre cas).

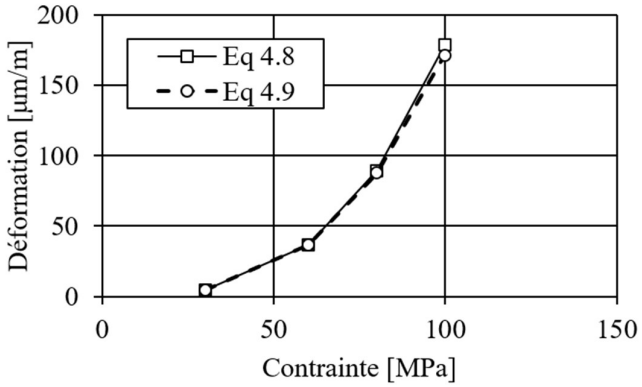



*Figure 4.2 Evolution de la déformation permanente au cours d'essais cyclés calculée à partir du modèle de Zapas-Crissman*

L'identification des paramètres du modèle de Zapas – Crissman utilise les équations (4.7) et (4.9) et les déformations permanentes mesurées à la fin de chaque cycle pour les essais cycles de fluage/recouvrance à contrainte et à durée variable.

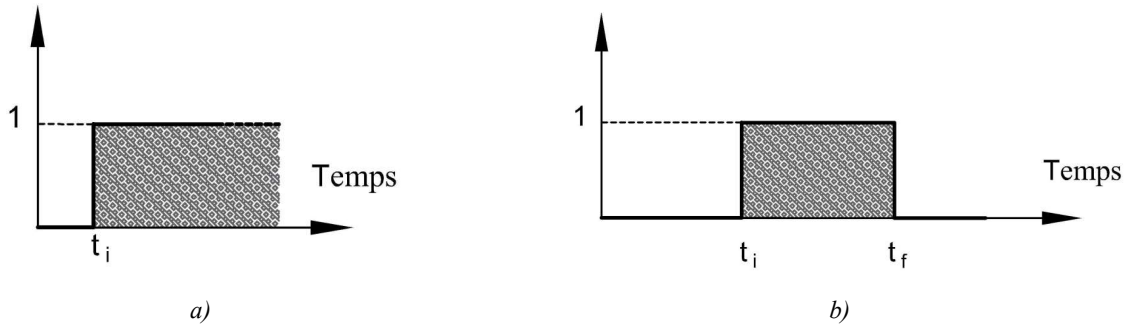
Les essais cyclés de fluage/recouvrance à contrainte variable ont permis d'identifier un seuil de contrainte $\sigma_{seuil}$ pour l'apparition de déformation viscoplastique. Afin d'en tenir compte, nous utiliserons, dans la suite, une contrainte équivalente $\sigma_{eq}$ définie par :

$$\sigma_{eq} = \sigma - \sigma_{seuil} \tag{4.10}$$

### 4.2.2 Modélisation de la déformation viscoélastique linéaire

Un cycle de fluage/recouvrance est représenté par l'application, considérée comme instantanée, d'une contrainte pour une certaine durée (phase de fluage), puis l'annulation elle-aussi instantanée de la contrainte jusqu'à la stabilisation de la déformation (phase de recouvrance). L'identification des déformations élastiques à partir des essais de fluage/recouvrance est donc basée sur cette hypothèse d'instantanéité de l'application du chargement. Cette hypothèse et l'influence sur l'identification des paramètres du modèle a été discutée par plusieurs auteurs [126, 132, 135].

Le signal de contrainte est décrit par deux sauts considérés instantanés, un de 0 à $\sigma$ et l'autre, de $\sigma$ à 0, à l'aide des fonctions de Heaviside (4.11), Figure 4.3:




*a)* *b)*

*Figure 4.3: Représentation graphique de la fonction de Heaviside : a) un saut ; b) deux sauts*

$$\sigma_{(t)} = \sigma \cdot \left[H(t - t_i) - H\left(t - t_f\right)\right] \tag{4.11}$$

Dans le domaine linéaire, la loi de Boltzman est capable de décrire le comportement viscoélastique :

$$\varepsilon_{(t)} = D_0\sigma + \int_0^t \Delta D_{(t-\tau)} \frac{d\sigma}{d\tau} d\tau \tag{4.12}$$

Par l'introduction de (4.11) en (4.12), on obtient la déformation en fluage pour le cycle dans le domaine linéaire :

$$\varepsilon^1_{f(t)} = \sigma\left(D_0 + \Delta D_{(t)}\right) \tag{4.13}$$

Similairement, pour la phase de recouvrance qui suit celle de fluage de durée $t_f$, on obtient :

$$\varepsilon^1_{r(t)} = \sigma\left[\Delta D(t) - \Delta D(t - t_f)\right] \tag{4.14}$$

La compliance instantanée, associée à un temps de relaxation nulle, est obtenue par la relation suivante pour la phase de fluage du premier cycle :

$$\varepsilon^1_0 = D_0\sigma_1 \tag{4.15}$$

Pour l'identification de la compliance transitoire, une procédure d'optimisation est nécessaire à partir des résultats du premier cycle des essais de fluage/recouvrance.

Un matériau simple de point de vue rhéologique présente une déformation transitoire linéaire en échelle logarithmique, donc, la fonction de compliance transitoire peut être exprimée par une loi puissance. Le composite en fibre de lin, comme on peut voir dans la Figure 4.4 le cycle à 30 MPa de l'éprouvette 0_P1E5, ne suit pas une telle évolution, ce qui impose l'utilisation de la série de Prony pour la compliance transitoire. On la rappelle dans (4.16).

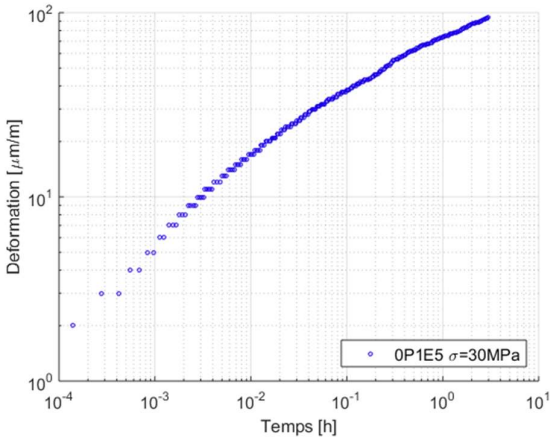



*Figure 4.4 : Déformation en fluage dans le domaine linéaire*

$$\Delta D_{(t)} = \sum_{i=1}^{n} D_i\left[1 - \mathrm{e}^{(-\lambda_i t)}\right] \tag{4.16}$$

Par l'introduction de l'équation (4.16) dans (4.13) et (4.14), on arrive à :

$$\varepsilon^1_{f(t)} = D_0\sigma + \left[\sum_{i=1}^{n} D_i\left(1 - \mathrm{e}^{-\lambda_i t}\right)\right]\sigma \tag{4.17}$$

$$\varepsilon_r^1(t) = \sigma \sum_{i=1}^{n} D_i\left[1 - \mathrm{e}^{(-\lambda_i t_f)}\right] e^{-\lambda_i (t - t_f)} \qquad (4.18)$$

Les paramètres de la série de Prony ($D_i$, $\lambda_i$) peuvent être identifiés soit à partir des résultats de fluage avec la relation (4.17), après avoir soustrait la déformation instantanée, soit avec les résultats de recouvrance à partir de l'équation (4.18).

### 4.2.3 Identification des paramètres de non-linéarité

Le modèle de Schapery utilise 4 fonctions pour non-linéariser la loi de Boltzman : $g_0$, $g_1$, $g_2$ et $a_\sigma$ qui dépendent de la valeur de la contrainte appliquée durant la phase de fluage.

Par l'introduction de l'équation (4.11) dans la loi de Schapery, (4.2), on arrive, pour la phase de fluage à :

$$\varepsilon_{f(t)}^i = D_0 \sigma g_0^\sigma + g_1^\sigma g_2^\sigma \left[\sum_{i=1}^{n} D_i\left(1 - \mathrm{e}^{-\lambda_i \psi}\right)\right] \sigma \qquad (4.19)$$

Pour la phase de recouvrance consécutive à celle de fluage de durée $t_f$, on obtient :

$$\varepsilon_{r(t)}^i = g_1^0\left[g_2^\sigma \sigma \Delta D(\psi) - (g_2^0 0 - g_2^\sigma \sigma)\Delta D(\psi - \psi_f)\right] \qquad (4.20)$$

Par le réarrangement des termes, on arrive à :

$$\varepsilon_{r(t)}^i = g_2^\sigma \sigma\left[\Delta D(\psi) + \Delta D(\psi - \psi_f)\right] \qquad (4.21)$$

La fonction $g_0$ permet de rendre compte de la non-linéarité de la déformation instantanée. Pour cela, on utilise les déformations instantanées lors du fluage mesurées à chaque cycle de fluage/recouvrance à contrainte variable. On considère qu'elle vaut 1 pour le premier cycle. Pour les autres cycles, à niveaux élevés de contrainte, on a :

$$\varepsilon_0^i = D_0 \cdot \sigma_i \cdot g_0^{\sigma i} \qquad (4.22)$$

De (4.22) , on extrait :

$$g_0^\sigma = \frac{\varepsilon_0^i}{\varepsilon_0^1} \cdot \frac{\sigma_1}{\sigma_i} \qquad (4.23)$$

On obtient ainsi la valeur de $g_0^\sigma$ pour chaque niveau de contrainte appliquée.

Les trois autres fonctions représentent la non-linéarité de la partie viscoélastique de la déformation transitoire. Il est donc nécessaire d'éliminer la déformation viscoplastique de la déformation totale. Or, celle-ci n'est connue qu'à la fin de la phase de recouvrance. Comme la déformation viscoplastique n'évolue pas durant la recouvrance, la déformation viscoélastique est également connue à la fin de la phase de fluage.

Pour la fin de la période de fluage, $t = t_f$. Donc, les temps réduits deviennent :

$$\psi(t = t_f) = \int_0^{t_f} \frac{d\tau}{a_\sigma} = \frac{t_f}{a_\sigma} = \psi_f \tag{4.24}$$

Par la substitution de ces temps réduits dans les équations (4.13) et (4.14), on arrive à

$$\varepsilon^i_{f(t_f)} = g_0^\sigma D_0 \sigma + g_1^\sigma \left[ g_2^\sigma \Delta D \left( \frac{t_f}{a_\sigma} \right) \right] \sigma \tag{4.25}$$

$$\varepsilon^i_{r(t_f)} = \left[ g_2^\sigma \Delta D \left( \frac{t_f}{a_\sigma} \right) \right] \sigma \tag{4.26}$$

$\varepsilon^i_{rec(t_f)}$ représente la déformation recouvrable. On a donc : $\varepsilon^i_{rec(t_f)} = \Delta\varepsilon^i_{rec}$.

La variation de la déformation viscoélastique à la fin de la phase de fluage s'écrit :

$$\Delta\varepsilon^i_f = g_1^\sigma \left[ g_2^\sigma \Delta D \left( \frac{t_f}{a_\sigma} \right) \right] \sigma \tag{4.27}$$

Le rapport entre les deux déformations transitoires, pendant le fluage et la recouvrance, donne :

$$\frac{\Delta\varepsilon^i_f}{\Delta\varepsilon^i_r} = \frac{g_1^\sigma g_2^\sigma \Delta D \left( \frac{t_f}{a_\sigma} \right)}{g_2^\sigma \Delta D \left( \frac{t_f}{a_\sigma} \right)} = g_1^\sigma \tag{4.28}$$

Ainsi, $g_1^\sigma$ représente le rapport entre la réponse viscoélastique du matériau en fluage et celle en recouvrance à un niveau de contrainte donné.

L'indentification des fonctions $g_2^\sigma$ et $a_\sigma$ est obtenue par optimisation à partir de résultats des phases de recouvrance pour chaque cycle. On utilise pour cela la relation (3.18) permettant de calculer la déformation transitoire durant la phase de recouvrance.

La procédure d'identification des paramètres des modèles viscoélastiques et viscoplastique est schématisée dans la Figure 4.5.

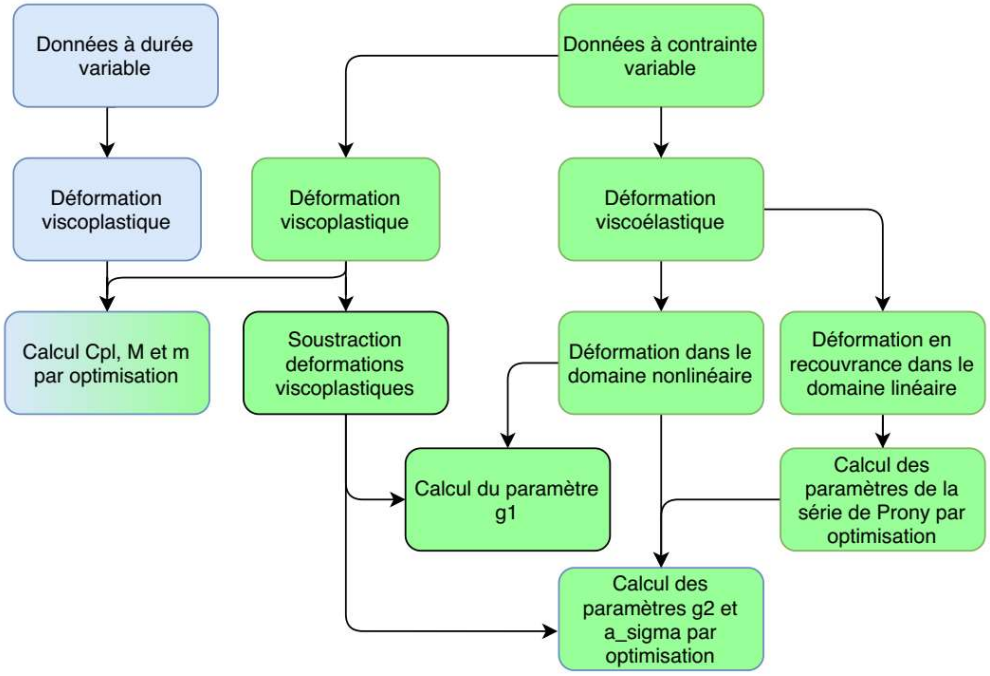



*Figure 4.5 : Procédure d'identification des modèles de Schapery et de Zapas-Crissman*

## 4.3 Résultats de l'identification des paramètres du modèle et discussion

La procédure d'identification des paramètres du modèle a été appliquée sur les essais cyclés de fluage/recouvrance à contrainte et durée variable réalisés sur notre composite. Sur les cinq éprouvettes testés pour chaque type d'essais, nous avons utilisé les résultats des éprouvettes les plus proches de la moyenne, notées éprouvettes de référence.

Dans le cas des essais à durée de fluage variable, l'éprouvette de référence est celle notée 0_P7E1 alors que pour les essais à contrainte en fluage variable, c'est l'éprouvette notée 0_P1E5.

### 4.3.1 Paramètres du modèle de viscoplasticité

Pour éprouvette 0_P1E5, la contrainte seuil a été extrapolée à 43 MPa. La contrainte équivalente, $\sigma_{eq}$ s'exprime :

$$\sigma_{eq} = \sigma - 43\ [MPa] \tag{4.29}$$

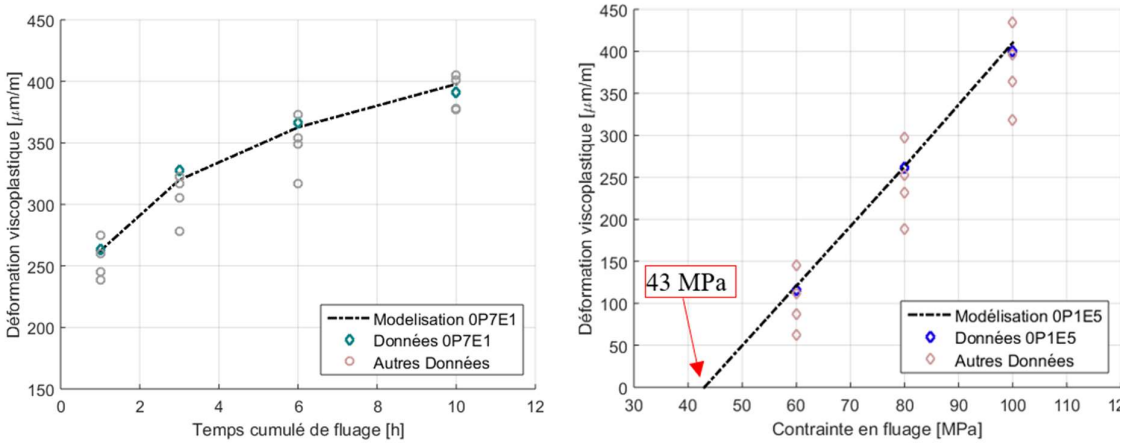
La procédure d'optimisation utilisée a fourni, pour les données utilisées, les valeurs :

$$C_{pl} = 7{,}13$$

$$M = 5{,}52$$

$$m = 0{,}18$$

Dans la Figure 4.6 on montre les résultats de la modélisation pour par rapport aux données utilisées. On remarque que l'évolution de la déformation viscoplastique est linéaire en fonction de la contrainte appliquée.




*a)* *b)*

*Figure 4.6 : Résultats de la modélisation pour l'évolution de la déformation viscoplastique en fluage : a) données en fluage à durée variable ; b) données en fluage à contrainte variable*

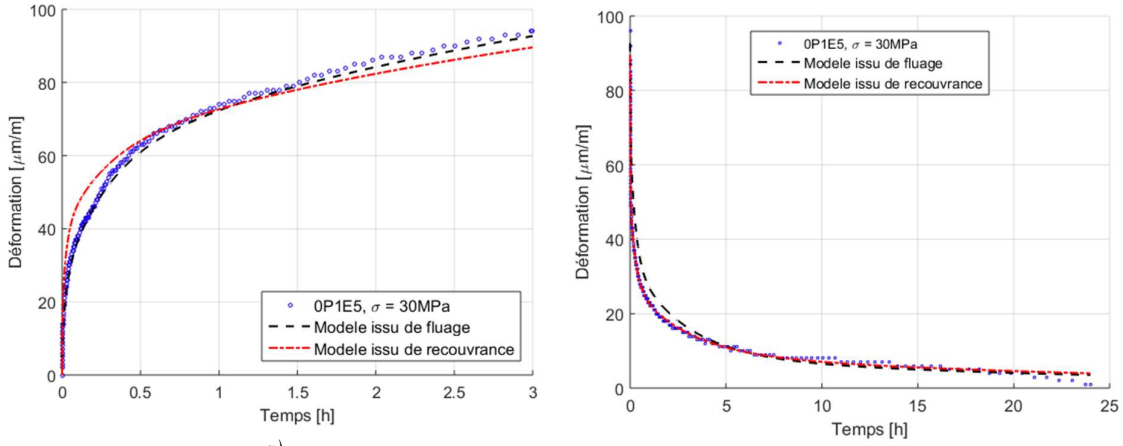
### 4.3.2 Paramètres du modèle de viscoélasticité linéaire

L'identification des termes de la série de Prony se fait à l'aide des résultats du premier cycle, à 30 MPa, où on considère le comportement comme linéaire. Par ailleurs, il n'y a pas de déformation viscoplastique pour ce cycle ce qui rend possible l'exploitation des données de fluage pour l'identification des termes de la série de Prony.

Il est montré que, pour une courbe donnée, on a une infinité de termes dans la série de Prony, distribués sous une forme de spectre [126], [168] . Pour la modélisation, par contre, une forme discrète du spectre est nécessaire. Afin de passer d'un milieu continu à un milieu discret, il est nécessaire de se limiter à un set finit de termes. Pour ce faire, une approche fréquente est de choisir les temps de relaxation et, ensuite, de calculer, par optimisation, les compliances correspondantes. Ainsi, souvent, le choix pour l'inverse du temps de relaxation, $\lambda$, est de multiples de 10 de l'unité de temps, de la forme $10^{\pm i}$ [$s^{-1}$] [128, 169, 170].

Pour décider le chemin dans ce travail, on a calculé un set de début, de huit termes, issus des deux phases du cycle et on a comparé les résultats, dans la Figure 4.7. Il est visible que la modélisation à partir du fluage décrit très bien la phase de fluage, ainsi que celle de

recouvrance. Par contre, le modèle issu de la recouvrance, bien qu'il modélise la courbe d'origine, a un certain degré d'erreur pour la courbe de fluage. Pour ces raisons, on choisit la modélisation à partir du fluage.




*a)* *b)*

*Figure 4.7 : Modélisation : a) du fluage ; b) de la recouvrance*

On souhaite d'approfondir la modélisation viscoélastique linéaire par voie de ce modèle. Ainsi, on varie le nombre de termes de la série, entre trois et huit et on regarde le spectre obtenu, dans la Figure 4.8. Il est à noter, pour les termes de la série, que les compliances sont mesurées en [$Pa^{-1}$], unité qui résulte du fait qu'on mesure la déformation en [µm/m]. De plus, le temps de relaxation a été converti de secondes en heures.

Une tendance de la variation des termes se remarque pour toutes les sets obtenus, vers la dominance du temps de relaxation le plus grand. La limité est obtenue pour les sets à six, sept et huit termes, qui contiennent des compliances proches de 0 aux extrémités. Ils sont, donc, négligeables dans la modélisation. Ainsi, le meilleur set de termes que l'on obtient contient cinq termes, extraits dans le Tableau 4.1, où on a aussi introduit la compliance instantanée, associée à un temps de relaxation nulle.

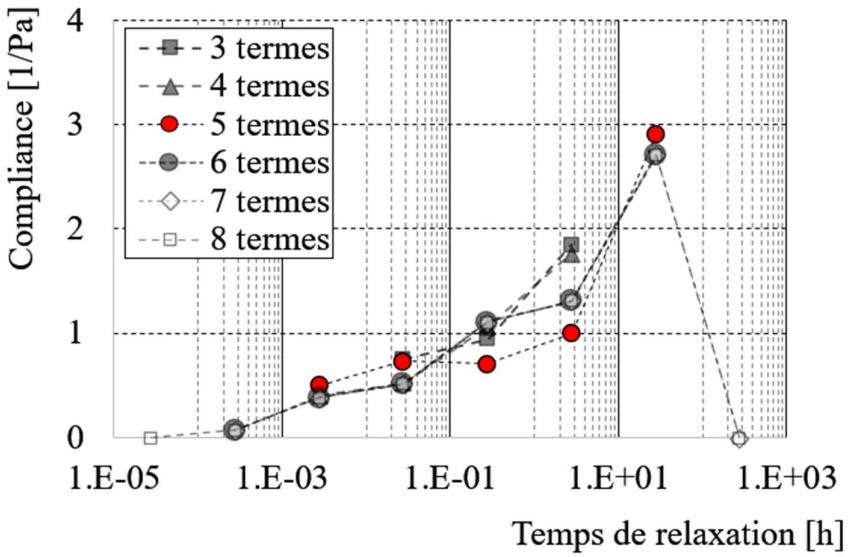



*Figure 4.8 : Calcul des paramètres de la série de prony*

*Tableau 4.1 : Paramètres calculées pour la série à six termes*

| D | λ $[s^{-1}]$ | τ $[h]$ | Compliance $[Pa^{-1}]$ |
|---|---|---|---|
| *D0* | ∞ | 0 | 28.122 |
| *D1* | 0.1 | 2.78E-03 | 0.337 |
| *D2* | 0.01 | 2.78E-02 | 0.505 |
| *D3* | 0.001 | 2.78E-01 | 1.110 |
| *D4* | 0.0001 | 2.78E+00 | 1.301 |
| *D5* | 1.00E-05 | 2.78E+01 | 2.722 |

Une fois que la série a été calculée, il est aussi nécessaire de regarder sa stabilité, c'est-à-dire d'évaluer si, par une légère variation des données expérimentales on obtient des variations sensibles de termes. Pour ce faire, on fait appel à deux autres courbes de fluage dans le domaine linéaire, pour lesquels on calcule le set de cinq termes de la série de Prony. Le résultat est présenté dans la Figure 4.9.

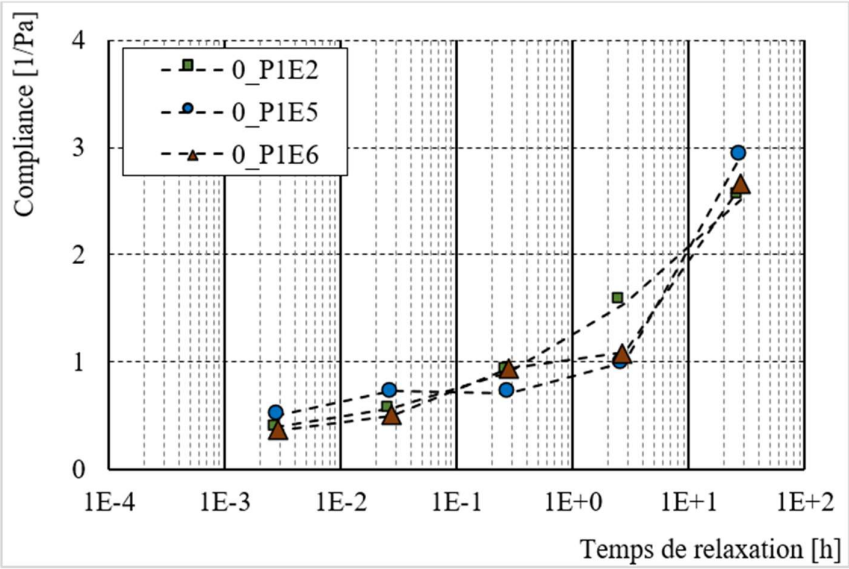



*Figure 4.9 : Variabilité des termes de la série de Prony*

On y voit que les compliances de tous les cinq termes sont stables. La plus élevée variation vient du quatrième terme, à $\tau$ =2.78 h, où on obtient la compliance correspondante de $D_4 = 1{,}21 \pm 0{,}12\ Pa^{-1}$.

### 4.3.3 Paramètres du modèle de viscoélasticité non-linéaire

Pour la partie non-linéaire de la viscoélasticité, on présente dans les Figure 4.10 a) - d) l'évolution des paramètres par rapport au niveau de contrainte. On y a aussi introduit la dispersion obtenue par le calcul de ces paramètres pour les autres éprouvettes.

Tant que $g_0^\sigma$ est le rapport entre la compliance dans le domaine non-linéaire et celle dans le domaine non-linéaire (voir (4.23)), il est possible de calculer son évolution d'un set de données quelconques enregistrés en chargement. Ainsi, la Figure 4.10 a) contient aussi le calcul de $g_0^\sigma$ de l'une des éprouvettes soumises à l'essai de traction jusqu'à la rupture, afin de comparer leurs évolutions.

Le calcul des paramètres $g_2^\sigma$ et $a_\sigma$ a été fait par l'ajustage de la relation (4.21) où la compliance transitoire a été exprimée sous la forme de série de Prony dont les termes ont été identifiées dans les paragraphes précédents.

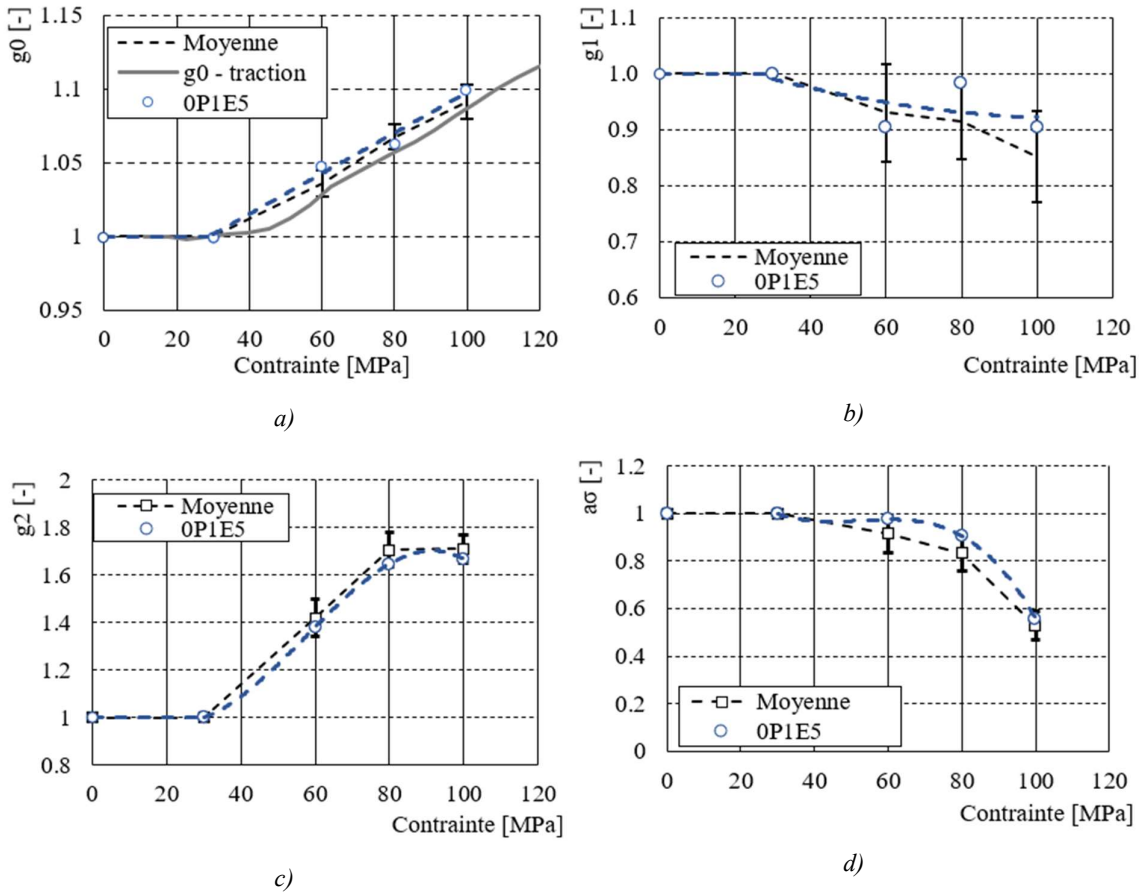



*Figure 4.10 : Paramètres de non-linéarité : a) $g_0$, b) $g_1$ ; c) $g_2$ ; d) $a_\sigma$*

Les fonctions des paramètres de non-linéarité obtenues sont :

$$g_0 = \begin{cases} 1 & \sigma \leq 30\ MPa \\ 1{,}4 \cdot 10^{-3}\sigma + 0{,}9601 & \sigma > 30\ MPa \end{cases} \quad (4.30)$$

$$g_1 = \begin{cases} 1 & \sigma \leq 30\ MPa \\ 10^{-5}\sigma^2 - 2{,}3 * 10^{-3}\sigma + 1{,}05 & \sigma > 30\ MPa \end{cases} \quad (4.31)$$

$$g_2 = \begin{cases} 1 & \sigma \leq 30\ MPa \\ -4{,}5 \cdot 10^{-6}\sigma^3 + 7{,}9 \cdot 10^{-4}\sigma^2 - 2{,}9 \cdot 10^{-2} + 1{,}3 & \sigma > 30\ MPa \end{cases} \quad (4.32)$$

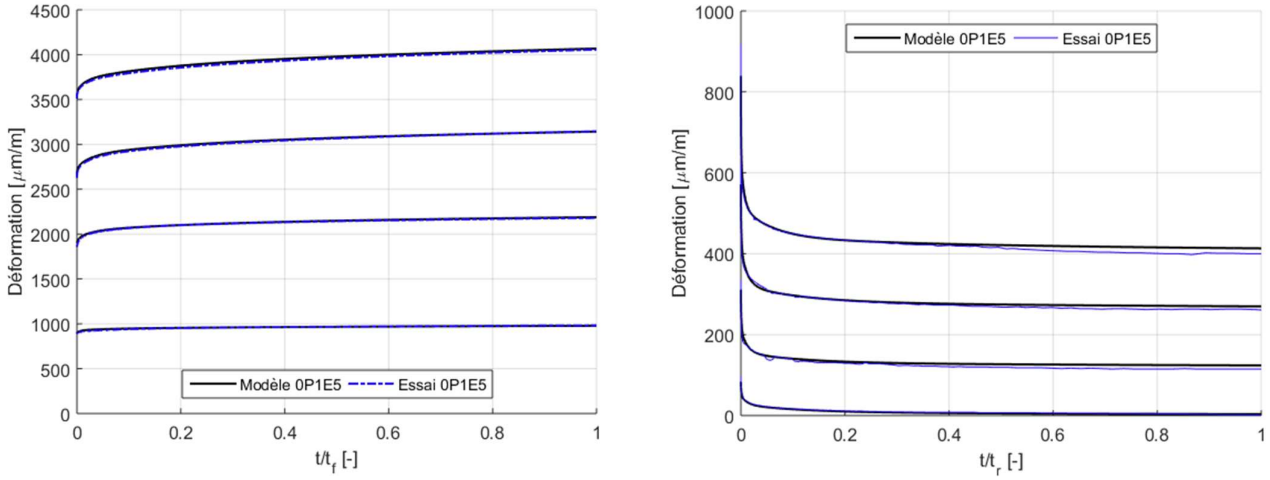
$$a^\sigma = \begin{cases} 1 & \sigma \leq 30\ MPa \\ -1{,}67 \cdot 10^{-4}\sigma^2 + 1{,}510^{-2}\sigma + 0{,}7 & \sigma > 30\ MPa \end{cases} \quad (4.33)$$

La fonction $g_0^\sigma$ des éprouvettes en fluage est légèrement plus élevé que celui de l'éprouvette en traction, ce qui montre une évolution plus prononcée de la compliance par rapport au niveau de contrainte et, par conséquence, de son inverse - le module sécant d'élasticité.

La fonction $g_1^\sigma$ a la tendance de descendre par rapport au niveau de contrainte, ce qui montre une déformation viscoélastique plus grande en recouvrance, qu'en fluage. Ce type d'évolution a été signalé par d'autres auteurs aussi, tel que Varna pour la fibre de lin et PLA [163], Muliana pour la fibre de verre – résine polyester [128] ou Sorvari pour le papier [171].

La fonction $g_2^\sigma$ a la tendance d'augmenter jusqu'à un plateau d'approximatif 1,7 alors que $a_\sigma$ tend à décroitre, fait qui représente une accélération des phénomènes avec l'augmentation du niveau de contrainte.

Enfin, dans la Figure 4.11, on a superposé les données expérimentales de l'éprouvette 0_P1E5 avec la modélisation analytique, dissociées dans les phases de fluage et de recouvrance.




*a)* *b)*

*Figure 4.11 : Résultats de la modélisation visco-élastoplastique : a) phase de fluage ; b) phase de recouvrance*

## 4.4 Conclusions

Ce chapitre a été consacré à l'identification de la loi de comportement capable à décrire la réponse enregistrée du matériau composite. Elle a été déterminée comme une combinaison entre l'intégrale de Schapery, pour la composante viscoélastique et celle de Zapas-Crissman pour la composante viscoplastique.

La procédure d'identification des leurs paramètres a été présentée en détail. Elle consiste dans le calcul à l'aide des formes particularisées pour les phases de fluage et de recouvrance. L'algorithme de calcul combine l'utilisation des conditions à la limite (le début où la fin des phases d'un cycle) avec des procédures d'optimisation (qui nécessitent les données complètes d'une phase).

Le chapitre se termine avec les résultats obtenus par l'implémentation de cette procédure pour les données des éprouvettes testées ainsi que l'analyse de leur stabilité/dispersion.

La loi identifiée ensemble avec ses paramètres seront utilisés dans le Chapitre 5 afin de modéliser des cycles de chargement quelconque, en utilisant des formes incrémentales des lois de Schapery et de Zapas-Crissman.

# Chapitre 5 : Formulation incrémentale de la loi de comportement

## Contenu du Chapitre 5

5.1 Introduction.....120

5.2 Formulation incrémentale de la loi de viscoélasticité non-linéaire .....120

5.3 Formulation incrémentale de la loi de viscoplasticité .....123

5.4 Validation du modèle numérique.....124

5.5 Simulation d'un essai charge/décharge à vitesse variable.....125

5.6 Simulation d'un essai de charge-décharge a contrainte variable.....128

5.7 Simulation d'un essai de traction.....130

5.1 Conclusions.....131

## 5.1 Introduction

L'objectif de ce chapitre est de proposer un modèle unidimensionnel pour le comportement mécanique du composite lin/époxy pour différents chargements. Il s'agit notamment de modéliser le comportement non-linéaire du composite dans le sens des fibres en traction monotone et de prendre en compte l'effet de la vitesse de chargement. Les résultats numériques sont comparés aux résultats des essais cyclés de fluage/recouvrance, puis aux résultats des essais cyclés de traction à vitesse variable et à contrainte croissante. Ces simulations doivent permettre de valider les modèles identifiés dans le chapitre précédent, à savoir le modèle de Schapery pour le calcul de la déformation viscoélastique, et celui de Zapas-Crissman pour la partie viscoplastique de la déformation. De plus, on propose une forme des fonctions de non-linéarité dans le modèle de Schapery pour des charges supérieures au domaine analysé expérimentalement dans le chapitre précédent.

## 5.2 Formulation incrémentale de la loi de viscoélasticité non-linéaire

Bien qu'une forme analytique puisse être obtenue par l'utilisation du signal sous forme de fonction Heaviside, tel qu'on a utilisé dans le chapitre précédent, on est limité à modéliser la réponse pour de cycles de chargement à contrainte constante.

L'implémentation pour un signal de contrainte quelconque s'avère d'être sous forme incrémentale, à incrément de temps, $\Delta t$. Cette approche est la plus souvent utilisée dans la littérature de spécialité pour la modélisation incrémentale du phénomène de viscoélasticité non-linéaire [136, 170, 172, 173].

Dans la discussion qui suit, on utilise l'exposant $t$ pour faire référence au pas actuel, alors que $t - \Delta t$ fait référence au pas précèdent.

L'intégrale de Schapery avec la compliance transitoire exprimée sous forme de série de Prony (5.2) devient :

$$\varepsilon_{(t)} = g_0^t D_0 \sigma^t + g_1^t \int_o^t \sum_{i=1}^{n} D_i (1 - \exp[-\lambda(\psi^t - \psi^\tau]) \frac{d g_2^\tau \sigma^\tau}{d\tau} d\tau \qquad (5.1)$$

$$\Delta D_{(t)} = \sum_{i=1}^{n} D_i [1 - \exp(-\lambda t)] \qquad (5.2)$$

Par le réarrangement des termes, on obtient :

$$\varepsilon_{(t)} = g_0^t D_0 \sigma^t + g_1^t \sum_{i=1}^{n} \int_o^t D_i (1 - \exp[-\lambda_i(\psi^t - \psi^\tau)]) \frac{dg_2^\tau \sigma^\tau}{d\tau} d\tau$$

$$\varepsilon_{(t)} = g_0^t D_0 \sigma^t + g_1^t \sum_{i=1}^{n} D_i \int_o^t \frac{dg_2^\tau \sigma^\tau}{d\tau} d\tau - g_1^t \sum_{i=1}^{n} D_i \int_o^t \exp[-\lambda_i(\psi^t - \psi^\tau)] \frac{dg_2^\tau \sigma^\tau}{d\tau} d\tau$$

$$\varepsilon_{(t)} = g_0^t D_0 \sigma^t + g_1^t g_2^t \sigma^t \sum_{i=1}^{n} D_i - g_1^t \sum_{i=1}^{n} D_i A_i^t \tag{5.3}$$

avec

$$A_i^t = \int_o^t \exp[-\lambda_i(\psi^t - \psi^\tau)] \frac{dg_2^\tau \sigma^\tau}{d\tau} d\tau \tag{5.4}$$

Une intégration récursive est obtenue à partir de l'équation (5.4). Pour ce faire, on sépare l'intégrale en deux parties : de 0 à $(t - \Delta t)$ et de $(t - \Delta t)$ à $t$. Ainsi, pour chaque terme dans la série de Prony (caractérisé par Di et $\lambda_i$), on aura :

$$\begin{aligned} A_i^t &= \int_o^{t-\Delta t} \exp[-\lambda_i(\psi^t - \psi^\tau)] \frac{dg_2^\tau \sigma^\tau}{d\tau} d\tau + \int_{t-\Delta t}^{t} \exp[-\lambda_i(\psi^t - \psi^\tau)] \frac{dg_2^\tau \sigma^\tau}{d\tau} d\tau \\ &= B_i^t + C_i^t \end{aligned} \tag{5.5}$$

Le premier terme de l'intégrale de l'équation (5.5) s'exprime :

$$\begin{aligned} B_i^t &= \int_o^{t-\Delta t} \{\exp[-\lambda_i(\psi^t - \psi^\tau)] \cdot \exp[-\lambda_i(\psi^t - \psi^{t-\Delta t}]\} \frac{dg_2^\tau \sigma^\tau}{d\tau} d\tau \\ &= \exp[-\lambda_i(\psi^t - \psi^{t-\Delta t})] \cdot B_i^{t-\Delta t} \end{aligned} \tag{5.6}$$

On définit l'incrément de temps réduit par :

$$\Delta\psi^t = \psi^t - \psi^{t-\Delta t} \tag{5.7}$$

On a :

$$B_i^t = \exp[-\lambda_i \Delta\psi^t] \cdot B_i^{t-\Delta t} \tag{5.8}$$

Equation (5.8) montre que la première partie de l'intégrale, ici notée $B_i^t$ , dépend du pas précédent, de manière récursive. Elle représente, donc, une fonction héréditaire.

Pour le deuxième intervalle, de $(t-\Delta t)$ à $t$, on considère que le terme $g_2^t\sigma^t$ évolue linéairement durant le pas de temps $\Delta t$, et que le paramètre $a^\sigma$ n'est pas une fonction directe du temps :

$$C_i^t = \frac{\{1-\exp[-\lambda_i(\Delta\psi^t)]\}}{\lambda_i\Delta\psi^t}\left(g_2^t\sigma^t - g_2^{t-\Delta t}\sigma^{t-\Delta t}\right) \tag{5.9}$$

Si on remplace (5.6) et (5.9) dans (5.5), on arrive à :

$$A_i^t = \exp[-\lambda_i\Delta\psi^t]\cdot A_i^{t-\Delta t} + \frac{\{1-\exp[-\lambda_i(\Delta\psi^t)]\}}{\lambda_i\Delta\psi^t}\left(g_2^t\sigma^t - g_2^{t-\Delta t}\sigma^{t-\Delta t}\right) \tag{5.10}$$

Cette forme de $A_i^t$, (5.10), est remplacée dans (5.3), pour arriver à :

$$\begin{aligned}\varepsilon_{(t)} = {} & g_0^t D_0\sigma^t + g_1^t g_2^t\sigma^t\sum_{i=1}^{n} D_i \\ & - g_1^t\sum_{i=1}^{n} D_i\left\{\exp[-\lambda_i\Delta\psi^t]\cdot A_i^{t-\Delta t}\right. \\ & \left. + \frac{\{1-\exp[-\lambda_i(\Delta\psi^t)]\}}{\lambda_i\Delta\psi^t}\left(g_2^t\sigma^t - g_2^{t-\Delta t}\sigma^{t-\Delta t}\right)\right\}\end{aligned} \tag{5.11}$$

Afin de simplifier la forme de l'équation (5.11), on sépare les termes entre ceux qui dépendent du pas précédent, $(t-\Delta t)$ et ceux qui dépendent du pas courant, $t$.

$$\begin{aligned}\varepsilon_{(t)} = {} & \sigma^t\left[g_0^t D_0 + g_1^t g_2\sum_{i=1}^{n} D_i - g_1^t g_2^t\sum_{i=1}^{n} D_i\frac{\{1-\exp[-\lambda_i(\Delta\psi^t)]\}}{\lambda_i\Delta\psi^t}\right] \\ & - g_1^t\sum_{i=1}^{n} D_i\left[\exp[-\lambda_i\Delta\psi^t]\cdot A_i^{t-\Delta t}\right. \\ & \left. - \frac{\{1-\exp[-\lambda_i(\Delta\psi^t)]\}}{\lambda_i\Delta\psi^t}g_2^{t-\Delta t}\sigma^{t-\Delta t}\right]\end{aligned} \tag{5.12}$$

ou bien :

$$\varepsilon_{(t)} = \sigma^t\overline{D}^t - f^t \tag{5.13}$$

## 5.3 Formulation incrémentale de la loi de viscoplasticité

Pour la déformation plastique, une forme similaire de discrétisation du signal a été proposée par Vinet [126]. Il considère que la contrainte seule varie linéairement dans l'intervalle $(t-\Delta t, t)$ :

$$\varepsilon_{(t)}^{VP} = \left(\int_0^t C_{pl}\sigma_t^M ds\right)^m = \left(p^{t-\Delta t} + C_{pl}\Delta t \frac{(\sigma_t^{M+1} - \sigma_{t-\Delta t}^{M+1})}{(M+1)(\sigma_t - \sigma_{t-\Delta t})}\right)^m \quad (5.14)$$

avec

$$p^{t-\Delta t} = \int_0^{t-\Delta t} C_{pl}\sigma_t^M d\tau \quad (5.15)$$

Bien que cette formulation mène à une forme analytique lorsque le signal varie linéairement, dans le cas des essais de fluage ou des périodes où la contrainte est constante, elle n'est pas valable. Pour cette raison, on a choisi de discrétiser le signal de contrainte en supposant une contrainte constante pendant le pas incrémental $\Delta t$ (Figure 5.1). Il faut noter que la qualité de la simulation dépend de la qualité de la discrétisation du signal d'entrée.

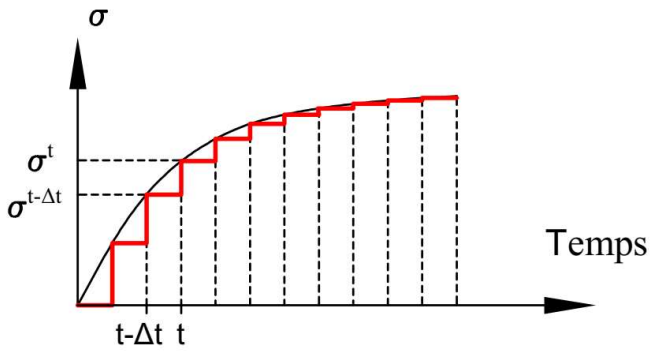



*Figure 5.1 : Discrétisation du signal contrainte*

La discrétisation de la déformation viscoplastique est alors donnée par l'équation (5.16). On rappelle l'introduction d'un seuil en contrainte à partir duquel les déformations viscoplastiques apparaissent. On utilise alors la contrainte équivalente $\sigma_{eq} =< \sigma_{ef} - \sigma_{seuil} >$, avec <> représentant la fonction rampe :

$$\varepsilon_{(t)}^{VP} = C_{pl}\left(\int_0^t \sigma_{eq}^M d\tau\right)^m = C_{pl}\left(\int_0^{t-\Delta t} \sigma_{eq}^M d\tau + \int_{t-\Delta t}^t \sigma_{eq}^M d\tau\right)^m \quad (5.16)$$

$$\varepsilon_{VP}^{t} = C_{pl}\left(p_{(t-\Delta t)} + \sigma_{eq}^{M}\Delta t\right)^{m} \tag{5.17}$$

Avec

$$p_{(t-\Delta t)} = \int_{0}^{t-\Delta t} \sigma_{eq}^{M} d\tau \tag{5.18}$$

La simulation d'un essai de traction jusqu'à 100 MPa a validé le choix de discrétisation du signal (ainsi que la forme résultante) pour des pas incrémentaux jusqu'à une seconde.

L'équation (5.17), donc, peut être introduite dans une routine numérique afin de calculer, de manière incrémentale, l'évolution des déformations viscoplastiques pour un cycle de chargement quelconque.

Les formulations numériques des équations (5.12) et (5.17) ont été implémentées dans des scripts MatLab afin de simuler plusieurs cas de chargement et de valider le modèle proposé.

## 5.4 Validation du modèle numérique

Afin de valider le modèle numérique implémenté dans des routines Matlab, un essai cyclé de fluage/recouvrance à contrainte variable réalisé sur l'une des éprouvettes (0_P3E5) a été simulé. On choisit un pas de temps de $\Delta t = 0{,}5\ s$.

Les résultats numériques et expérimentaux ont été comparés (Figure 5.2). On a ajouté l'évolution de la déformation viscoplastique.

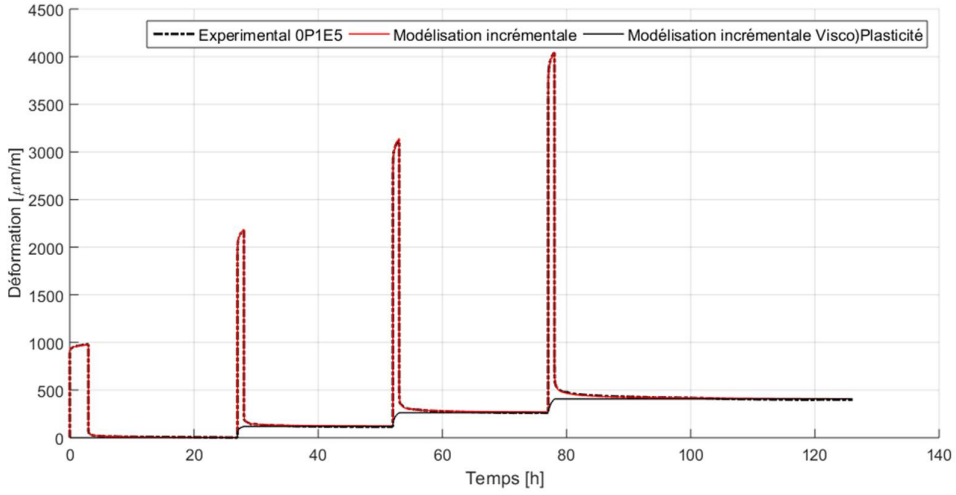
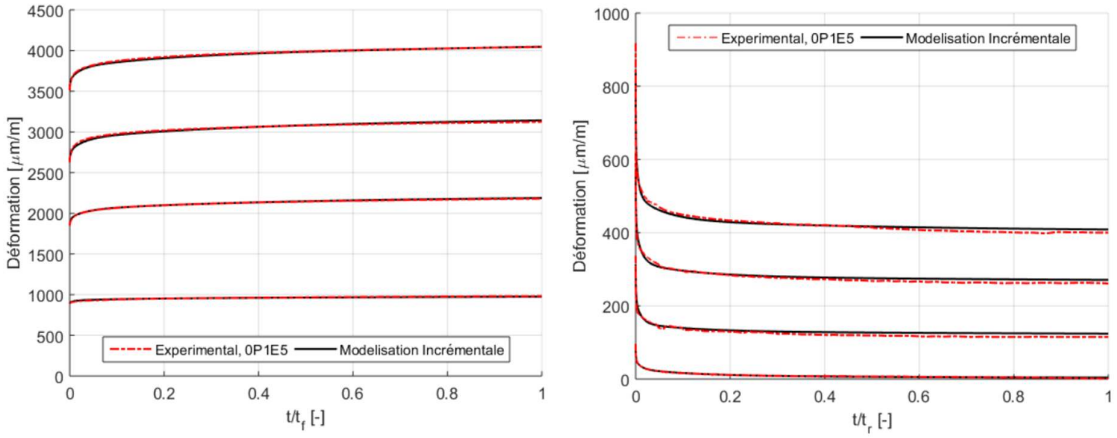



*Figure 5.2 : Modélisation d'un essai cyclé de fluage-recouvrance*

On voit que les courbes expérimentale et numérique sont superposées et que la déformation viscoplastique augmente rapidement au début de la phase de fluage. Les résultats pour chaque cycle sont représentés dans la Figure 5.3 a et b, où la durée des phases a été normée.




*a)* *b)*

*Figure 5.3 : Découpage par phase de : a) Fluage ; b) Recouvrance*

Ces résultats valident le modèle numérique proposé pour le calcul des déformations viscoélastiques et viscoplastiques.

## 5.5 Simulation d'un essai charge/décharge à vitesse variable

Dans cette partie, nous allons vérifier que le modèle numérique permet de simuler les essais cyclés de traction à vitesse variable et contrainte maximale constante, présentés dans le chapitre 2. L'enjeu est ici de montrer qu'il est possible de représenter le caractère bilinéaire du comportement en traction dans la direction des fibres des composites à fibres de lin. Par ailleurs, nous nous intéresserons également à l'influence de la vitesse de chargement sur le comportement en traction.

Le pas de temps, dans ce cas, a été choisi de $\Delta t = 20$ ms afin d'avoir un nombre suffisant de points de lecture pour les vitesses élevées de chargement. Pour cette modélisation, les cycles d'évaluation du module à 30 MPa n'ont pas été pris en compte. Ces cycles n'ont pas de conséquence sur l'évolution de la déformation viscoplastique. Les résultats sont présentés dans la Figure 5.4, où on a ajouté l'évolution de la déformation viscoplastique modélisée.

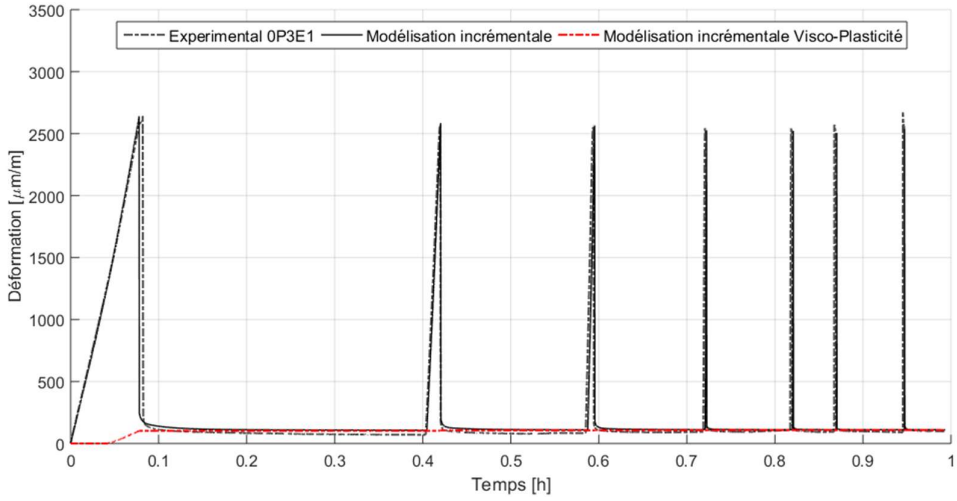
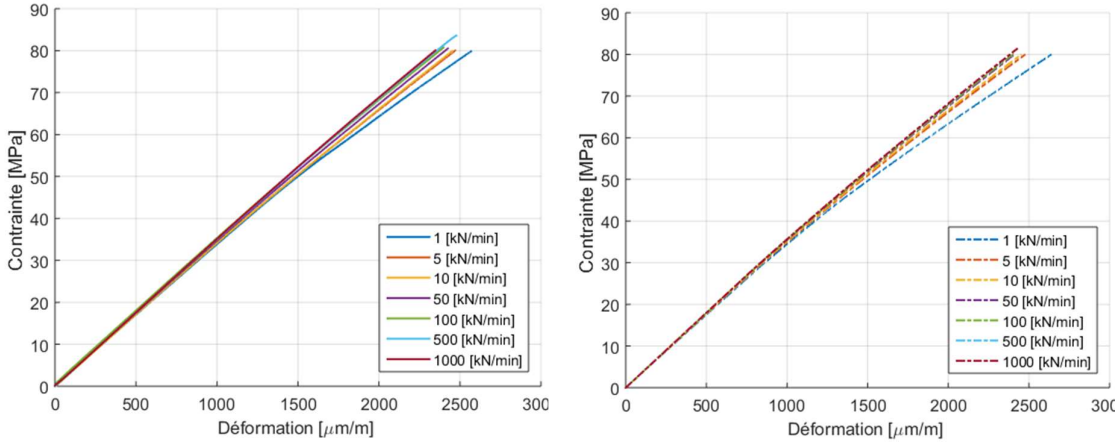



*Figure 5.4 Simulation d'un essai de charge-décharge à vitesse variable*

La déformation permanente apparait lors du premier cycle, puis se stabilise. Le modèle conduit à une légère surestimation de la déformation permanente à l'issu du premier cycle.

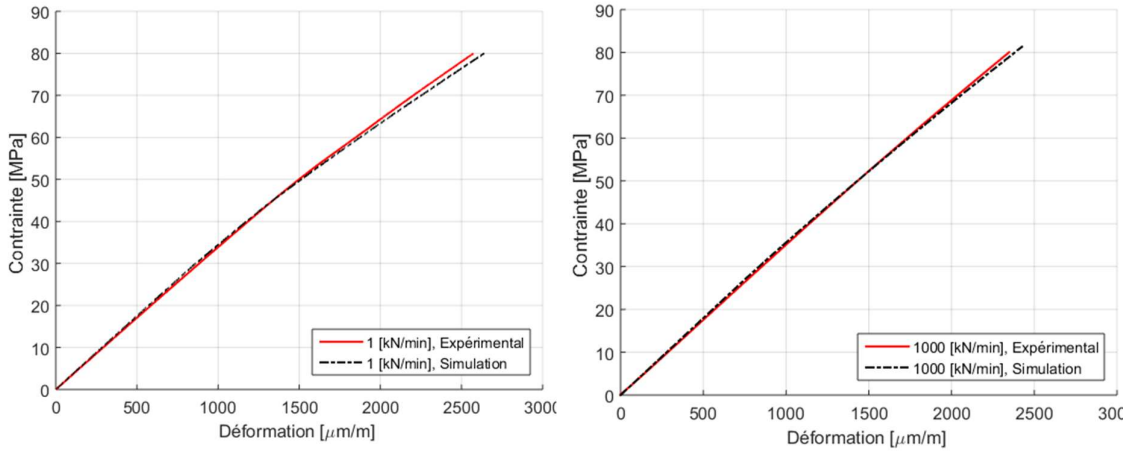
Afin de mettre en évidence l'effet de la vitesse de chargement sur le comportement en traction du composite, les différentes phases de chargement ont été séparées et représentées sur une même figure (Figure 5.5). Le modèle permet bien de rendre compte du comportement non-linéaire du matériau. Par ailleurs, la rigidité du matériau augmente bien avec la vitesse de chargement. Cette augmentation de la rigidité est observée sur la deuxième partie des courbes de traction.




a) b)

*Figure 5.5 : Résultats pour les cycles de charge -décharge à vitesse variable : a) Expérimentales ; b) Modélisation*

Afin de comparer les résultats numériques à ceux expérimentales, on a isolée, dans la Figure 5.6 a) la phase de chargement à 1 kN/min et dans la Figure 5.6 b) celle à 1000 kN/min. On note un faible écart entre la courbe expérimentale et la courbe numérique.




*a)* *b)*

*Figure 5.6 : Comparaison des résultats numériques et expérimentales pour un essai de traction : a) Vitesse de chargement de 1 kN/min ; b) Vitesse de chargement de 1000 kN/min*

Les résultats obtenus remarques pour les courbes déformation – contrainte se traduisent aussi sur les modules sécants avant et après le coude, E30 et E80 (Figures 5.7 et 5.8).

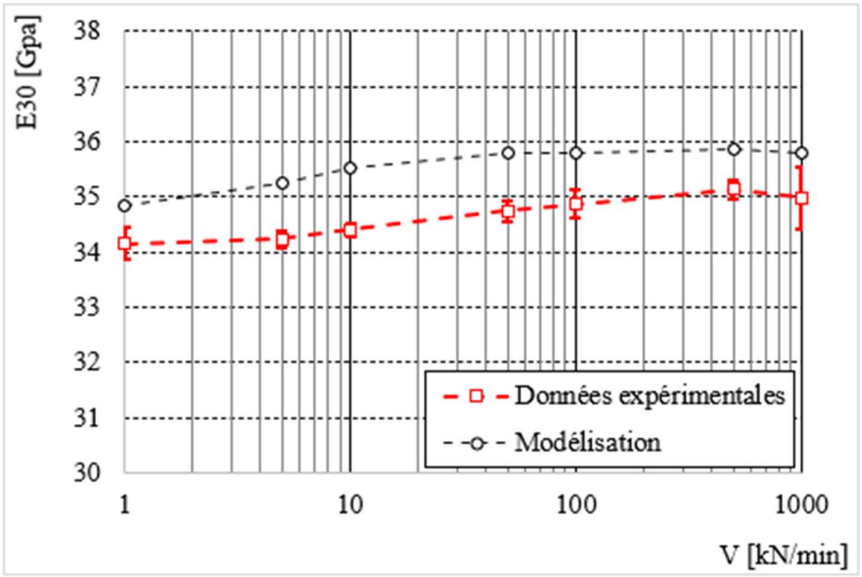



*Figure 5.7 : Module sécant à 30 MPa pour les données expérimentales et modélisées*

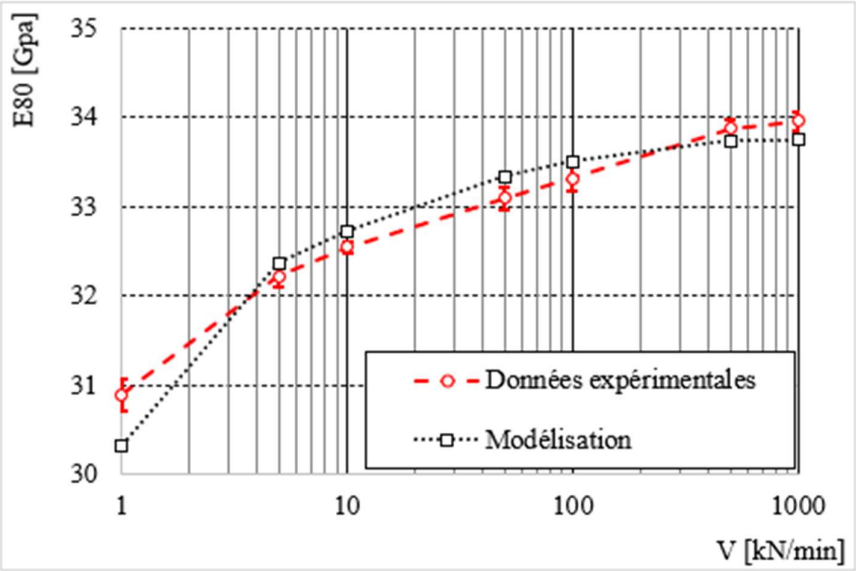



*Figure 5.8 : Module sécant à 80 MPa pour les données expérimentales et modélisées*

On note une légère surestimation du module sécant E30, quasi-constante pour toute la plage de vitesses, d'approximatif 3% par rapport aux données expérimentales. Cette surestimation n'est pas remarquée pour le module à 80 MPa, E80.

## 5.6 Simulation d'un essai de charge-décharge a contrainte variable

Le troisième type d'essai simulé est celui de charge/décharge à contrainte variable. On a utilisé les données obtenues de l'éprouvette 0_P3E5. Les cycles d'évaluation du module d'élasticité (à 30 MPa) ont été éliminés dans la modélisation. De plus, on s'est limité, pour cette modélisation au domaine de validité des fonctions de non-linéarité, de 0 MPa à 100 MPa. Le pas incrémental a été de 0,1 s. Les résultats expérimentaux et simulés sont reproduits dans la Figure 5.9. On a ajouté la modélisation de la déformation viscoplastique. Elle augmente à chaque cycle supérieur au seuil d'apparition des déformations plastiques, de 43 MPa.

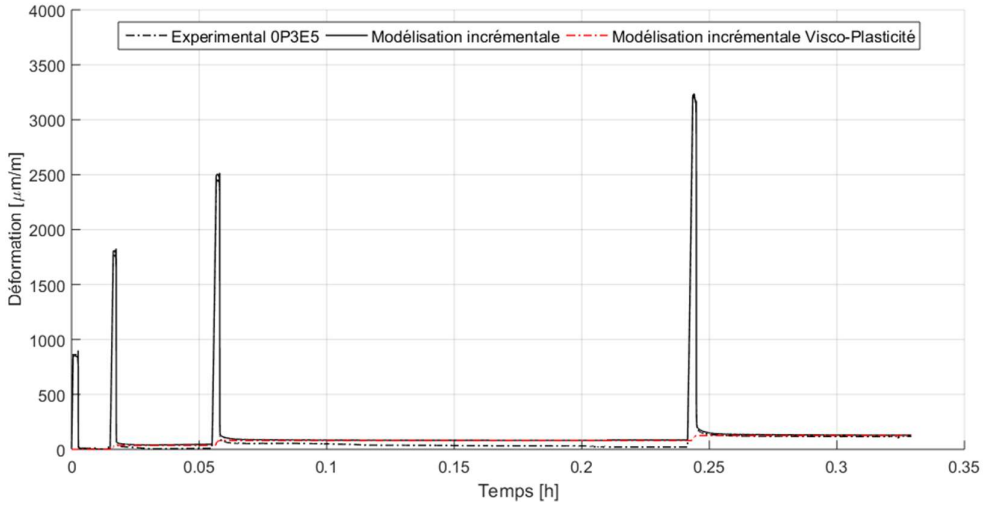
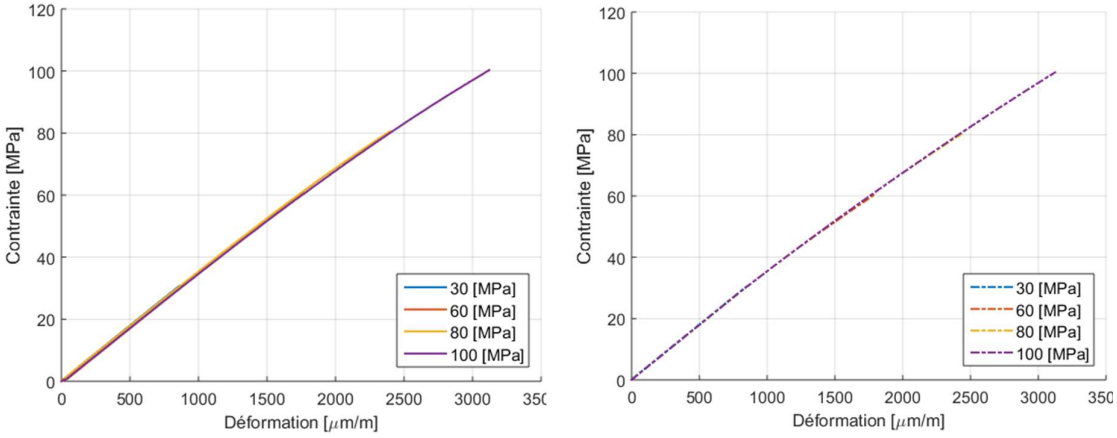



*Figure 5.9 : Simulation d'un essai de charge-décharge à contrainte variable*

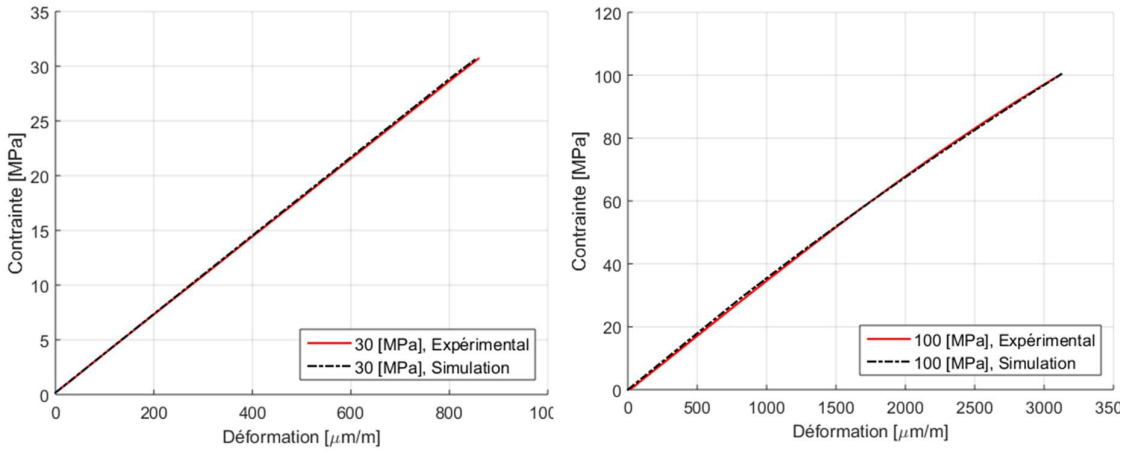
Dans le but de mieux analyser les données obtenues, on a distingué les phases de chargement de chaque cycle (Figure 5.10). La déformation plastique des cycles précédentes a été enlevée afin d'avoir la même origine.




*a)* *b)*

*Figure 5.10 : Résultats pour les cycles de charge -décharge à contrainte variable : a) Expérimentales ; b) Modélisation (les courbes sont superposées)*

Dans la Figure 5.11 on a superposées les phases de chargement à 30 MPa et a 100 MPa. La simulation de l'essai de traction est en accord avec les résultats expérimentaux.




*a)* *b)*

*Figure 5.11 : Simulation d'un essai de traction : a) σ = 30MPa ; b) σ = 100MPa*

## 5.7 Simulation d'un essai de traction

Dans cette étude, les propriétés visco-élastoplastiques du composite n'ont pas été caractérisées au-delà de 100 MPa, pour éviter l'apparition d'endommagement. Nous souhaitons néanmoins vérifier la validité du modèle proposé au-delà de cette limite de 100 MPa, en simulant un essai de traction jusqu'à la valeur de la contrainte en rupture et en comparant avec nos résultats expérimentaux.

Pour cela, il est nécessaire d'extrapoler les quatre fonctions non-linéaires du modèle de Schapery pour des valeurs de contrainte supérieures à 100 MPa. Nous remarquons tout d'abord que les fonctions $g_1^\sigma$ et $g_2^\sigma$ varient peu pour des contraintes élevées. Par ailleurs, plusieurs travaux réalisés sur différents composites ont mis en évidence une quasi-stabilisation des fonctions non-linéaires pour des contraintes proches de la contrainte à rupture [6]-[8]. Nous faisons comme hypothèse que les fonctions non-linéaires ne varient plus à partir de 100 MPa (Figure 5.12).

Un essai de traction jusqu'à rupture a été réalisée, pour une vitesse de chargement de 10 kN/min et un incrément de temps de $\Delta t = 0{,}1\ s$. On remarque un faible écart entre la courbe de traction simulée et les résultats expérimentaux (Figure 5.13). De plus, ces courbes sont comparées avec celle obtenue en utilisant un modèle viscoélastique linéaire. Cette comparaison montre l'importance de la prise en compte du caractère non-linéaire de la viscoélasticité dans la modélisation du comportement en traction de ce composite.

Nous avons également étudié l'influence de la vitesse de chargement sur le comportement en traction du composite. La gamme de vitesse testée est comprise entre 1

kN/min et 1000 kN/min. On note une augmentation significative de la rigidité du matériau lorsque la vitesse de chargement augmente. Plus précisément, comme cela a été constaté expérimentalement, seule la deuxième partie de la courbe de traction est sensible à la vitesse de traction. (Figure 5.14).

L'influence de chacune des fonctions non-linéaires sur le comportement en traction, pour une vitesse de chargement de 10 kN/min a également été étudiée. Pour chaque simulation réalisée, seule une des quatre fonctions était variable, les trois autres étant égales à 1 quelque soit la contrainte. On remarque le rôle prépondérant, pour ce type de sollicitation, de la fonction $g_0$ par rapport aux autres fonctions (Figure 5.15).

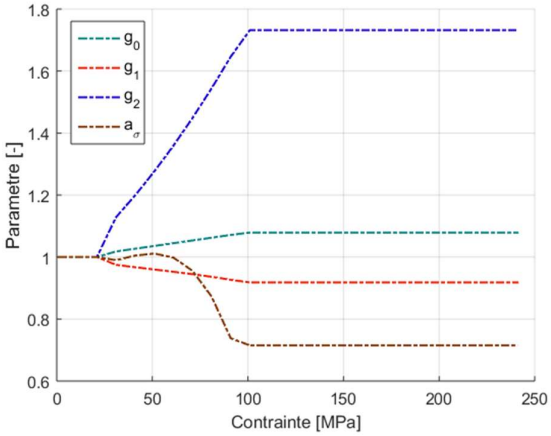



*Figure 5.12 : Evolution des fonctions non-linéaires du modèle de Schapery en fonction de la contrainte*

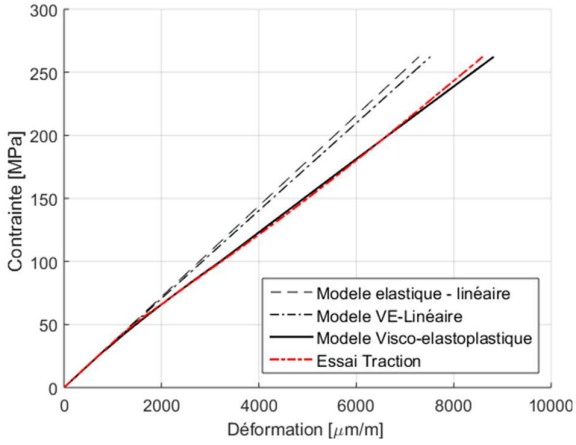



*Figure 5.13 : Modélisation d'un essai de traction jusqu'à la rupture*

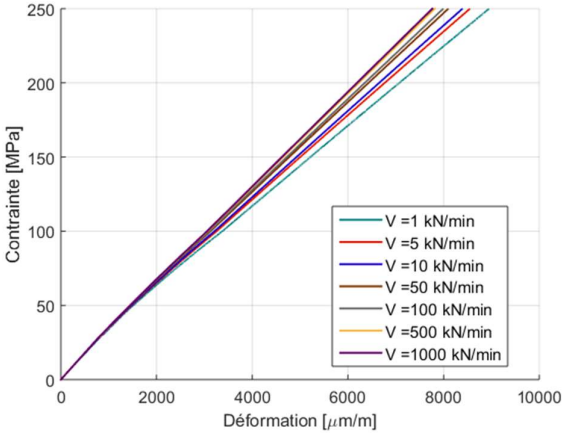



*Figure 5.14 : Influence de la vitesse de chargement sur le comportement en traction*

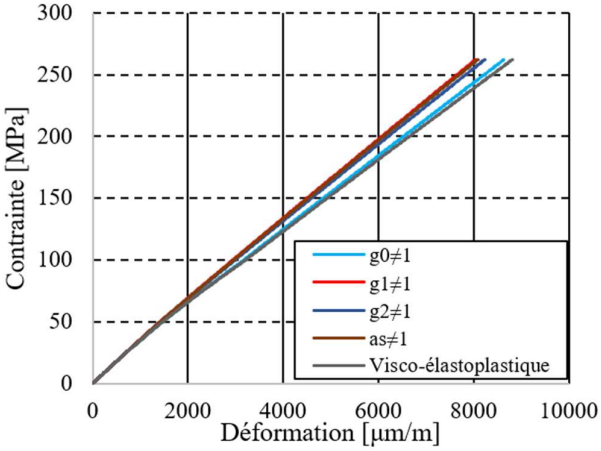



*Figure 5.15 : Influence des fonctions non-linéaires sur le comportement en traction*

## 5.1 Conclusions

Afin de simuler la réponse du composite pour différents chargements dans le sens des fibres, une formulation numérique des modèles de Schapery et de Zapas-Crissman a été

proposée. Le modèle numérique a tout d'abord été validé sur des essais cyclés de fluage/recouvrance à contrainte variable. Les évolutions des déformations transitoires en fluage et recouvrance sont correctement reproduites par le modèle. Par ailleurs, nous avons également validé l'évolution des déformations permanentes après chaque cycle, liées aux déformations viscoplastiques.

Nous avons ensuite simulé des essais de charge/décharge à vitesses variables et à contraintes variables. L'objectif était de montrer que le modèle proposé permettait de rendre compte du caractère non-linéaire du comportement en traction du composite biosourcé dans le sens des fibres. Ainsi, les résultats des simulations ont montré un bon accord avec les données expérimentales sur l'ensemble de la gamme de vitesses testées. Cela montre l'importance de tenir compte du caractère visco-élastoplastique du composite. Enfin, même si l'identification du modèle a été réalisée sur une plage de contrainte réduite (jusqu'à 100 MPa), pour éviter tout endommagement du matériau, une simulation d'un essai de traction complet a montré que le modèle était valide jusqu'à la contrainte à rupture.

# Conclusions générales et perspectives

L'objectif de cette thèse a été d'étudier le comportement visco-élastoplastique des matériaux composites à renfort de fibre de lin qui pourraient être utilisés dans des applications structurales. Cela implique, on a vu, l'existence d'un niveau de contrainte élevé qui, si maintenu pour des longues périodes, produit des déformations significatives. Cette réponse en temps du matériau a été étudiée et un modèle numérique a été implémenté pour décrire ce comportement.

L'étude débute avec la présentation de l'état de l'art, dans le **Chapitre 1**. Par cette voie, on a remarqué une augmentation de l'utilisation des matériaux composites à renfort fibreux synthétique, mais sans une réponse satisfaisante en ce qui concerne leur empreinte environnementale, qui se trouve d'être un problème important. Pour cette raison, l'utilisation des fibres bio-sourcées est regardée comme une possible solution et la fibre de lin comme la plus prometteuse.

On a vu aussi que, même si les études préliminaires des matériaux à renfort végétal sont encourageantes (grâce aux propriétés mécaniques, l'impact environnemental etc.), le nombre d'applications structurales reste, toutefois, limité, notamment du fait du comportement mécanique plus complexe de ces composites par rapport à ceux utilisant des fibres de verre. L'une des problématiques est liée au comportement du matériau en fluage.

En effet, les composites à fibres de lin ont un comportement viscoélastique et viscoplastique y compris dans la direction des fibres, ce qui n'est pas observé pour les composites à fibres de verre. Cela est due au comportement visco-élastoplastique des fibres élémentaires de lin. Par ailleurs, ces matériaux présentent un comportement non-linéaire, mis en évidence par des essais de traction monotone. Il est donc nécessaire de prendre en compte la dépendance en contrainte du composite dans les essais de fluage.

A l'issu de ce chapitre, on a proposé d'approfondir la connaissance du comportement viscoélastique et viscoplastique de ce type de composite, en tenant compte de leur comportement non-linéaire, et de proposer un modèle permettant de prédire la déformation du composite pour différents types de chargement. Il apparait que le modèle de Schapery pour la déformation viscoélastique et le modèle de Zapas-Crissman pour la déformation viscoplastique sont adaptés au comportement de notre matériau. L'identification des paramètres de ces modèles nécessite la mise en place d'essais cyclés de fluage/recouvrance.

Le **Chapitre 2** présente le protocole de fabrication des éprouvettes servant à la caractérisation des propriétés mécaniques du matériau de l'étude. Le composite est composé d'un renfort unidirectionnel de fibres de lin pré-imprégné par une résine époxy. Le matériau est obtenu par thermocompression. Une étude préalable est réalisée pour caractériser le comportement en traction. Des essais de tractions monotones dans le sens des fibres indique un comportement bi-linéaire caractéristiques des composites à fibres longues de lin. Le point de la courbe correspond au changement de pente, appelé « coude », est associé à une limite d'écoulement. Ses coordonnées sont $\varepsilon_{coude}$=0,13% et $\sigma_{coude}$=47,7 MPa. Pour les deux parties de la courbe, deux modules tangents ont été calculés, par une méthode de régression linéaire. Les valeurs ont été de $E_1$=35 GPa et $E_2$=27.7 GPa.

La réponse visqueuse du matériau a été évaluée par des essais multi-cyclés de charge/décharge en traction à vitesse de chargement variable, suivis par des phases de recouvrance. On a noté l'absence d'influence de la vitesse de chargement sur le comportement en traction pour des charges inférieures à $\sigma_{coude}$, mais important au-dessus de ce niveau.

Des essais de charge/décharge en traction à contrainte maximale variable ont également permis de s'assurer qu'aucun endommagement n'apparaissait en-dessous de 150 MPa. Par ailleurs, ces essais ont également mis en évidence l'apparition de déformation non-réversible au-delà de la contrainte $\sigma_{coude}$.

Le **Chapitre 3** est consacré à la campagne de caractérisation visco-élastoplastique du composite dans le sens des fibres. Celle-ci a démarré par une campagne d'essais préliminaires de fluage/recouvrance, dont l'objectif a été de fournir des informations qualitatives sur la réponse en fluage du matériau, ainsi que sur la dispersion des résultats. Ces essais ont confirmé l'existence de déformations transitoires importantes lors de la phase de fluage dans la direction des fibres. Ces essais ont également mis en évidence l'apparition de déformations irréversibles pour des contraintes supérieures au coude. Cette déformation augmente avec la contrainte nominale appliquée en fluage, ainsi qu'avec la durée de la phase de fluage. On a donc assimilé cette déformation non-recouvrable à une déformation viscoplastique. Des essais cyclés de fluage/recouvrance à durée variable et à contrainte variable ont ensuite été réalisés. Ces essais ont permis de caractériser la dépendance en temps et en contrainte des déformations du matériau en fluage. Ces essais ont confirmé la non-linéarité des déformations viscoélastiques.

Dans le **Chapitre 4,** les données expérimentales ainsi obtenues ont permis d'identifier une loi de comportement, à savoir le modèle de Schapery et celui de Zapas-Crissman. La procédure d'identification des paramètres du modèle a été présentée.

Dans le **Chapitre 5,** une formulation numérique de la loi de comportement a été proposée. Le modèle numérique a été validé sur des essais de fluage/recouvrance à contrainte croissante, ainsi que sur des essais cyclés de traction. Ces simulations ont notamment permis de confirmer que le modèle était capable de rendre compte, d'une part du caractère non-linéaire du comportement en traction monotone, et d'autre part de la dépendance à la vitesse de chargement liée au comportement visco-élastoplastique.

La démarche est l'une des premières qui s'intéresse aux phénomènes visqueux existants dans les réponses des matériaux composites à renfort de fibre de lin. On a conclu que le comportement général est complexe, viscoélastique et viscoplastique. Le succès de la modélisation des données enregistrées encourage de continuer ce chemin pour une compréhension complète des résultats expérimentaux. Cela implique des nouveaux essais dont le but sera de clarifier certains aspects et d'enrichir la maitrise de ces matériaux. Parmi les potentielles perspectives de recherche, on peut les diviser en deux catégories : l'une, fondamentale, qui s'intéresse au comportement à d'autres types de sollicitations et une autre, de « valorisation », qui s'intéresse aux possibilités d'implémenter la maitrise de ce comportement dans la conception des pièces structurelles en composites de fibre de lin.

Dans la première catégorie on peut inclure :

- Etendre la caractérisation du matériau pour des niveaux de contrainte plus élevés. La prise en compte de l'endommagement dans le matériau sera nécessaire ;
- Prise en compte de l'effet de la température dans le comportement visco-élastoplastique ;
- Caractérisation du matériau dans le sens transverse des fibres et à ±45°. Cela permettra de connaitre le comportement complet d'un pli ;
- Formulation orthotrope des modèles de Schapery et de Zapas-Crissman, et mise en place d'un modèle numérique capable de prédire le comportement d'un stratifié quelconque ;
- Implémentation du modèle dans un code éléments pour simuler des cas de charges plus complexes sur des structures.

La thèse a permis de montrer l'importance de la prise en compte des aspects visco-élastoplastiques des composites renforcés par des fibres végétales pour prédire leur comportement dans le cadre d'applications structurales.

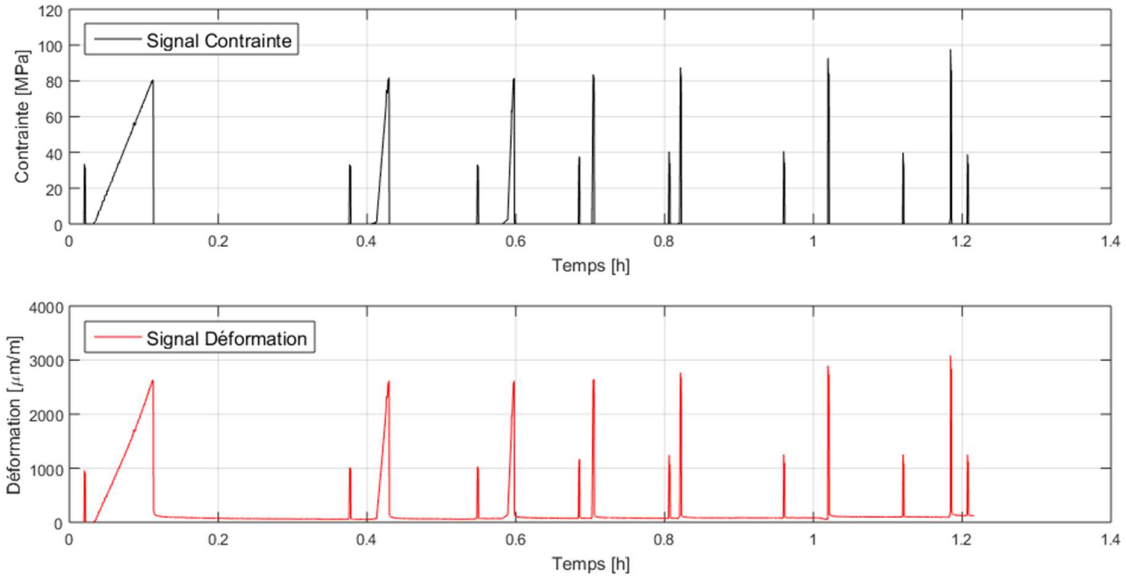
En termes de valorisation pour des applications industrielles potentielles, on peut suggérer l'utilisation dans la conception et le dimensionnement des structures en composites à fibre de lin tel que des mobiliers urbains.

# Contributions personnelles

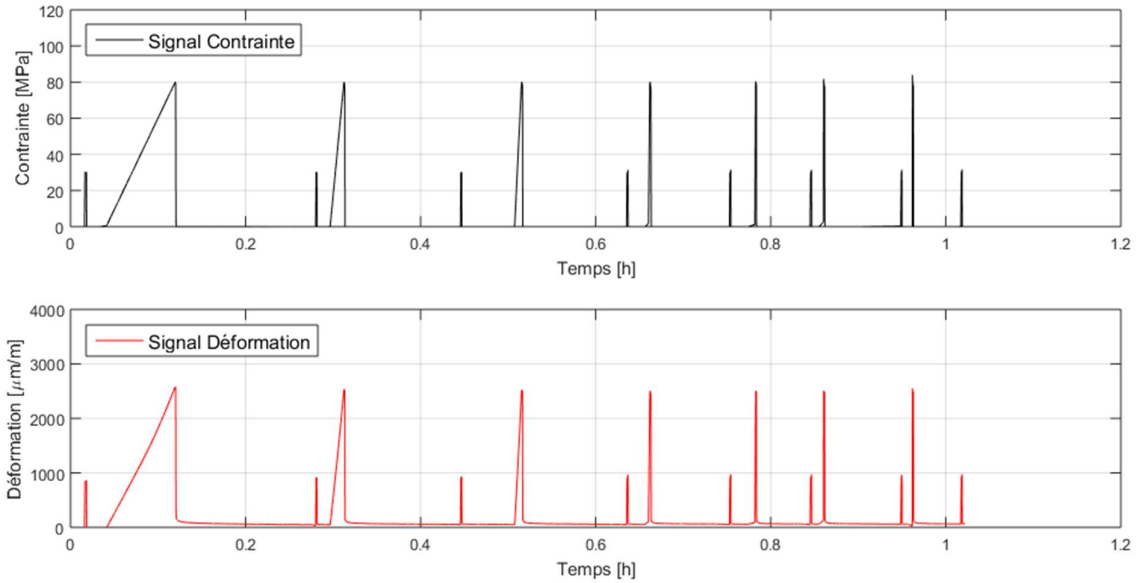
1. Elaboration d'une analyse de l'état actuel de la recherche dans les domaines des composites à renfort biosourcé et du comportement visco-élastoplastique et de sa modélisation ;
2. Elaboration et mise en place d'une procédure de caractérisation visco-élastoplastique (fabrication, équipement, conditionnement des échantillons etc.) ;
3. Analyse de l'influence de la vitesse de chargement sur la réponse visqueuse du matériau ;
4. Analyse de l'évolution de l'intégrité structurale du matériau étudié par rapport au chargement imposé ;
5. Caractérisation visco-élastoplastique du composite à renfort de fibre de lin suivant la direction de la fibre ;
6. Conception d'un algorithme de calcul des paramètres de la loi de comportement dans un domaine en dessous du seuil d'endommagement ;
7. Calcul des paramètres du modèle visco-élastoplastique à partir des données expérimentales enregistrées ;
8. Implémentation d'une forme incrémentale de la loi de comportement visco-élastoplastique dans une routine numérique, dans le logiciel MatLab ;
9. Validation du modèle pour la direction analysée.

# Annexes

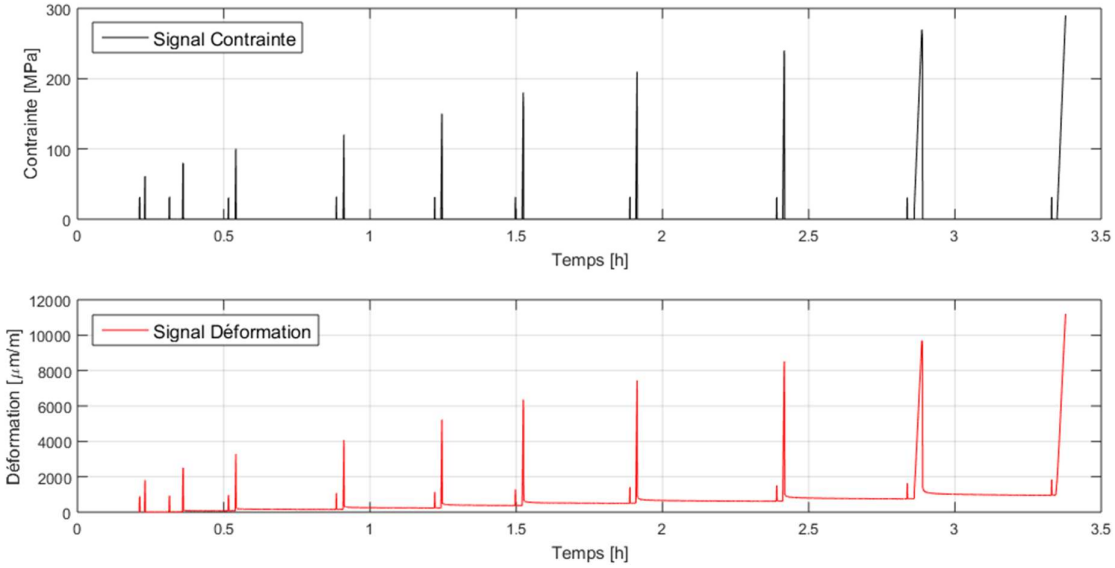
## Annexe 1 : Résultats pour les éprouvettes présentées dans le Chapitre 2



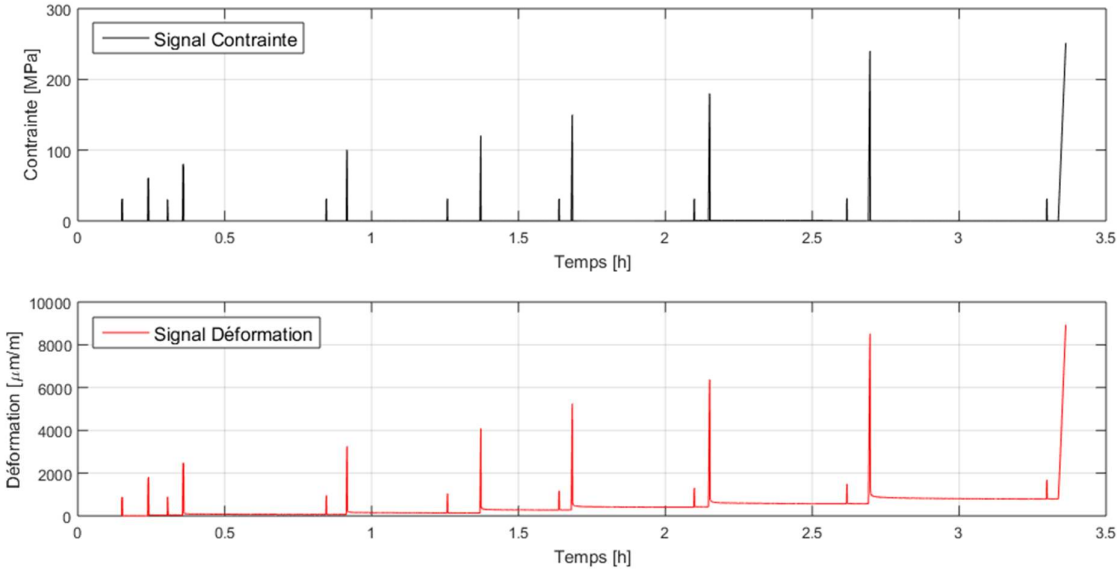

*Résultats pour l'éprouvette 0_P3E2*



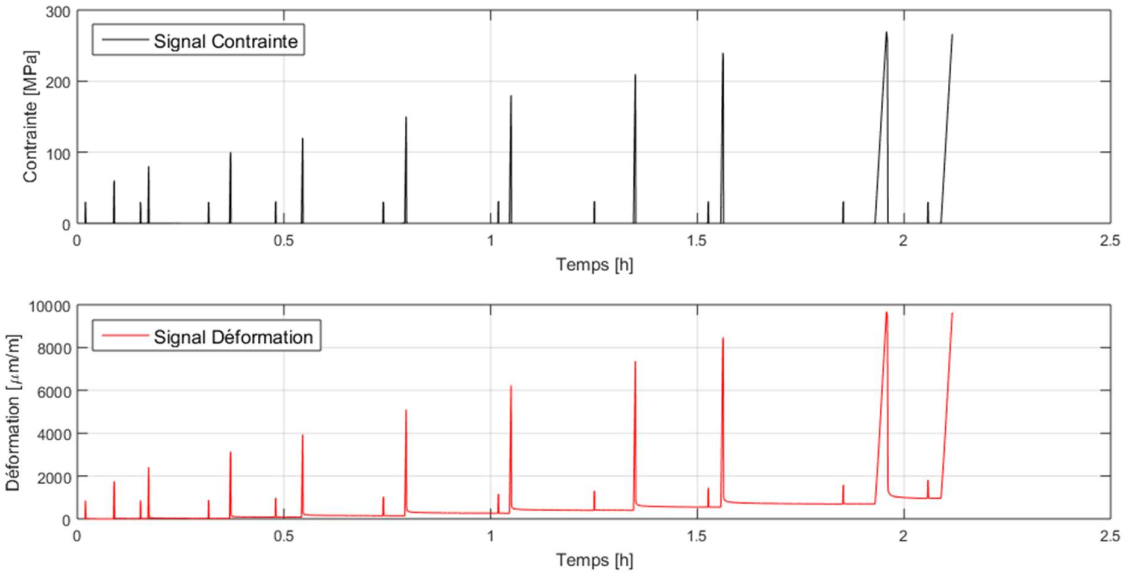

*Résultats pour l'éprouvette 0_P3E3*



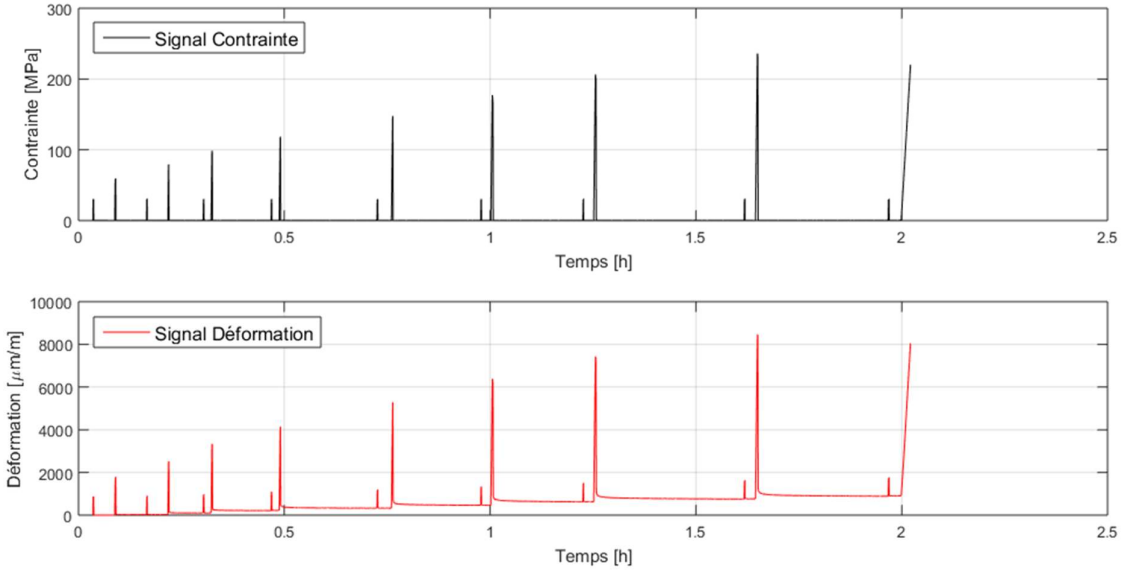

*Résultats pour l'éprouvette 0_P3E6*




*Résultats pour l'éprouvette 0_P3E7*

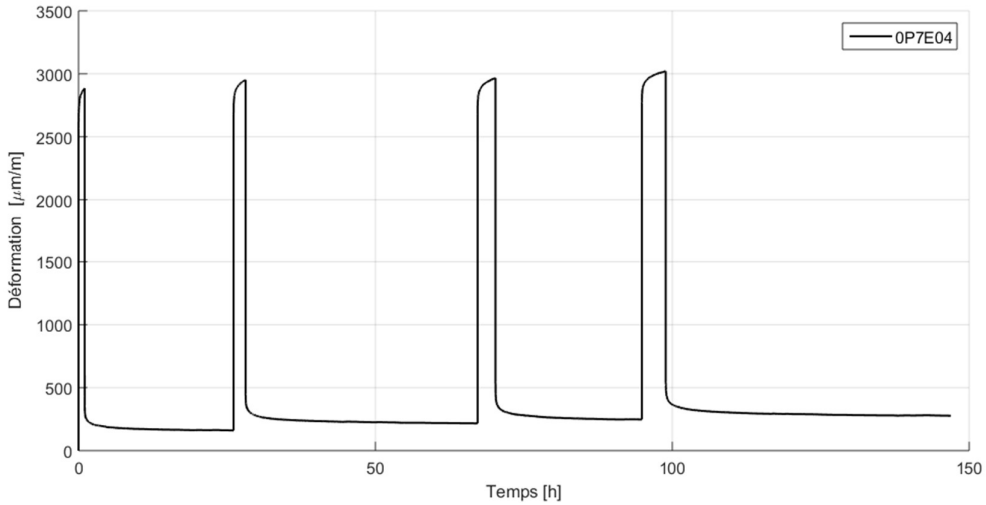



*Résultats pour l'éprouvette 0_P3E8*

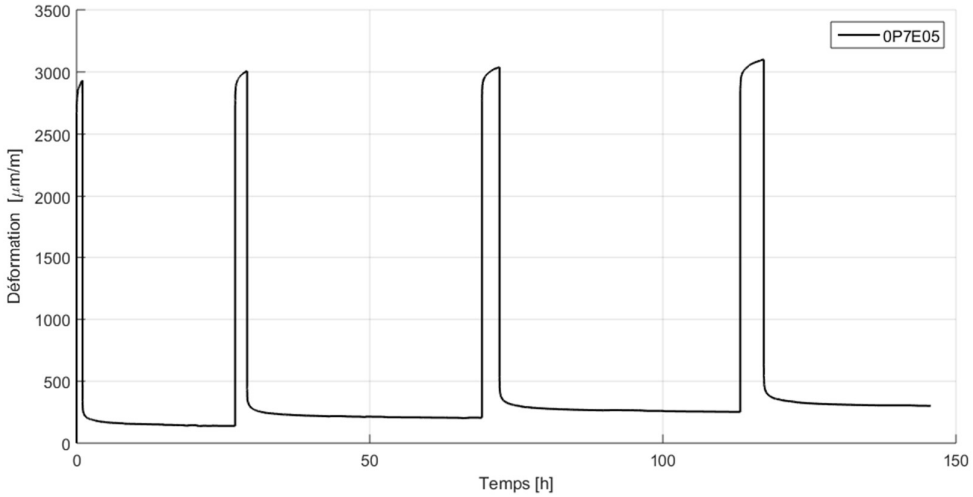



*Résultats pour l'éprouvette 0_P3E9*

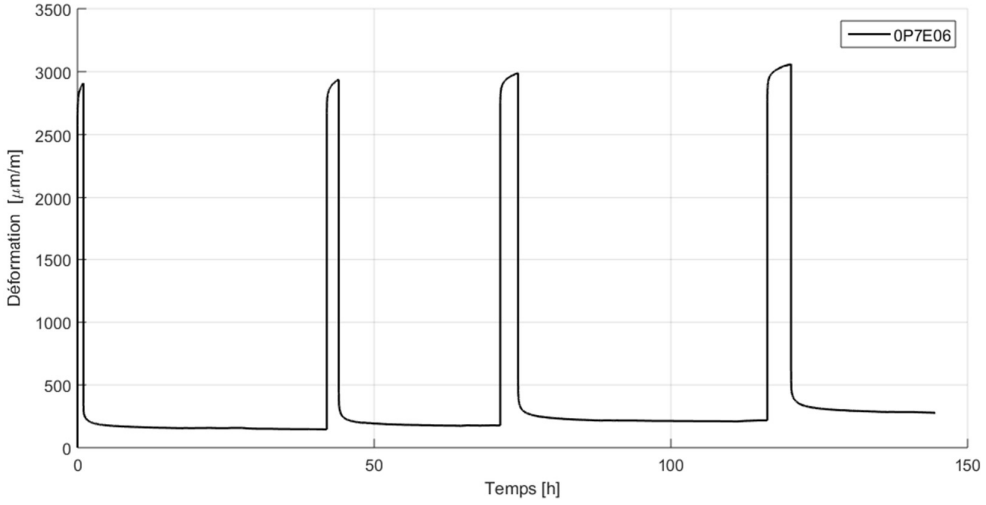
## Annexe 2 : Résultats pour les éprouvettes présentées dans le Chapitre 3



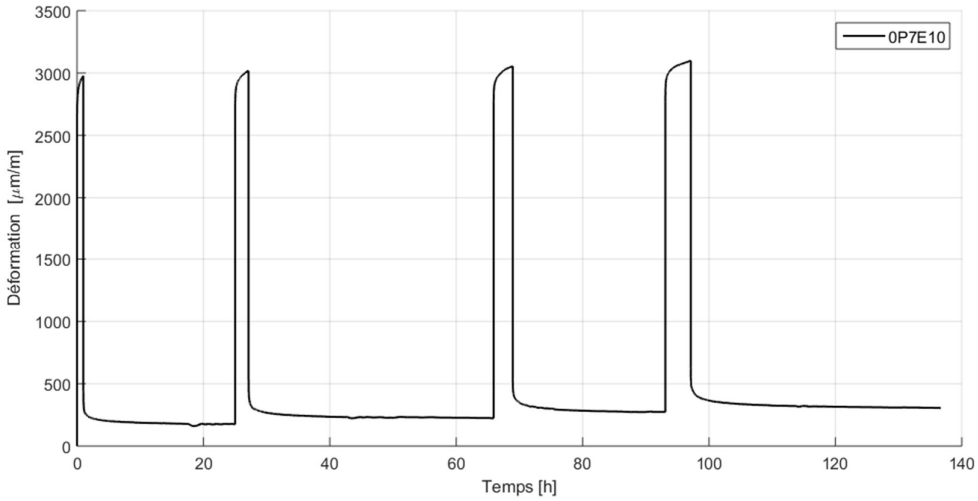

*Résultats pour l'éprouvette 0_P7E4*




*Résultats pour l'éprouvette 0_P7E5*




*Résultats pour l'éprouvette 0_P7E6*




*Résultats pour l'éprouvette 0_P7E10*

# Bibliographie


[1] M. Pervaiz, S. Panthapulakkal, *et al.*, *Emerging Trends in Automotive Lightweighting through Novel Composite Materials,* Materials Sciences and Applications*, 2016,* vol. 07*,* no. 01*,* pp. 26–38.

[2] O. Faruk, A. K. Bledzki, *et al.*, *Progress report on natural fiber reinforced composites,* Macromolecular Materials and Engineering*, 2014,* vol. 299*,* no. 1*,* pp. 9–26.

[3] H. Bewa, *Evaluation de la disponibilité et de l ' accessibilité de fibres végétales à usages matériaux en France*, 2011.

[4] P. Bono, A. Le Duc, *et al.*, *Materiaux: les nouveaux champs de recherche et developpement pour la valorisation des fibres vegetales techniques (lin fibres et chanvre),* OCL - Oilseeds and fats Crops and Lipids*, 2015,* vol. 22*,* no. 6.

[5] B. J. Van Ruijven, D. P. Van Vuuren, *et al.*, *Long-term model-based projections of energy use and CO2 emissions from the global steel and cement industries,* Resources, Conservation and Recycling*, 2016,* vol. 112*,* pp. 15–36.

[6] T. K. Dr Elmar Witten, *Composites Market Report 2014*, 2014.

[7] C. Soutis, *Fibre reinforced composites in aircraft construction,* Progress in Aerospace Sciences*, 2005,* vol. 41*,* no. 2*,* pp. 143–151.

[8] KONE Corporation, *Carbon-Fiber Elevator Rope - Innovation Description*, in *Construction Innovation Forum*, 2014.

[9] D. Gay, *Composite Materials Design and Applications*. 2016.

[10] R. Jones, *Mechanics of composite materials*. 1999.

[11] M. Maria, *Advanced composite materials of the future in aerospace industry,* Incas Bulletin*, 2013,* vol. 5*,* no. 3*,* pp. 139–150.

[12] A. D. La Rosa, D. R. Banatao, *et al.*, *Recycling treatment of carbon fibre/epoxy composites: Materials recovery and characterization and environmental impacts through life cycle assessment,* Composites Part B: Engineering*, 2016,* vol. 104*,* pp. 17–25.

[13] H. Hocheng, C. C. Tsao, *et al.*, *Utilizing internal icing force to reduce delamination in drilling composite tubes,* Composite Structures*, 2016,* vol. 139*,* pp. 36–41.

[14] *Mechanical Properties of Carbon Fibre Composite Materials*, 2015. [Online]. Available: http://www.performance-composites.com/carbonfibre/mechanicalproperties_2.asp. [Accessed: 24-Aug-2018].

[15] S. Pimenta and S. T. Pinho, *Recycling carbon fibre reinforced polymers for structural applications : Technology review and market outlook,* Waste Management*, 2015,* vol. 31*,* no. 2*,* pp. 378–392.

[16] B. J. Jody, J. A. Pomykala, *et al.*, *A process to recover carbon fibers from polymer-matrix composites in end-of-life vehicles,* JOM*, 2004,* vol. 56*,* no. 8*,* pp. 43–47.

[17] K. Larsen, *Recycling wind,* Reinforced Plastics*, 2009,* vol. 53*,* no. 1*,* pp. 20-23,25.

[18] *Le lin et le chanvre européen*. [Online]. Available: http://www.mastersoflinen.com/eng/technique/21-vos-solutions-lin-et-chanvre. [Accessed: 19-Dec-2018].

[19] D. U. Shah, *Natural fibre composites: Comprehensive Ashby-type materials selection charts,* Materials and Design*, 2014,* vol. 62*,* pp. 21–31.

[20] A. K. Bledzki, S. Reihmane, *et al.*, *Properties and modification methods for vegetable*

*fibers for natural fiber composites,* Journal of Applied Polymer Science*, 1996,* vol. 59*,* no. 8*,* pp. 1329–1336.

[21] A. Célino, S. Fréour, *et al.*, *The hygroscopic behavior of plant fibers: a review,* Frontiers in chemistry*, 2013,* vol. 1*,* no. March 2016*,* p. 43.

[22] R. Mahjoub, J. M. Yatim, *et al.*, *Tensile properties of kenaf fiber due to various conditions of chemical fiber surface modifications,* Construction and Building Materials*, 2014,* vol. 55*,* pp. 103–113.

[23] P. Lodha and A. N. Netravali, *Characterization of interfacial and mechanical properties of "green" composites with soy protein isolate and ramie fiber,* Journal of Materials Science*, 2002,* vol. 37*,* no. 17*,* pp. 3657–3665.

[24] S. S. Munawar, K. Umemura, *et al.*, *Characterization of the morphological, physical, and mechanical properties of seven nonwood plant fiber bundles,* Journal of Wood Science*, 2007,* vol. 53*,* no. 2*,* pp. 108–113.

[25] A.K. Bledzki and J. Gassan, *Composities Reinforced with Cellulose Based Fibers,* Progress in Polymer Science*, 1999,* vol. 24*,* no. 2*,* pp. 221–274.

[26] A. Gueudet, *Analyse du cycle de vie comparative de panneaux de porte automobiles biosourcé (PP/ Fibres de Lin et de Chanvre) et petrosourcé (ABS)*, 2016.

[27] Y. S. Song, J. R. Youn, *et al.*, *Life cycle energy analysis of fiber-reinforced composites,* Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2009,* vol. 40*,* no. 8*,* pp. 1257–1265.

[28] L. Pil, F. Bensadoun, *et al.*, *Why are designers fascinated by flax and hemp fibre composites?,* Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2016,* vol. 83*,* pp. 193–205.

[29] D. U. Shah, *Developing plant fibre composites for structural applications by optimising composite parameters: A critical review,* Journal of Materials Science*, 2013,* vol. 48*,* no. 18*,* pp. 6083–6107.

[30] T. Gurunathan, S. Mohanty, *et al.*, *A review of the recent developments in biocomposites based on natural fibres and their application perspectives*, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 77.pp. 1–25, 2015.

[31] S. Rao, S. T.G.A, *et al.*, *Carbon Composites Are Becoming Competitive and Cost Effective*, 2018.

[32] K. Charlet, *Contribution à l'étude de composites unidirectionnels renforcés par des fibres de lin : relation entre la microstructure de la fibre et ses propriétés mécaniques*, Thèse de Doctorat, 2008.

[33] O. Akampumuza, P. M. Wambua, *et al.*, *Review of the applications of biocomposites in the automotive industry,* Polymer Composites*, 2017,* vol. 38*,* no. 11*,* pp. 2553–2569.

[34] A. Bourmaud, J. Beaugrand, *et al.*, *Towards the design of high-performance plant fibre composites,* Progress in Materials Science*, 2018,* vol. 97*,* no. July 2017*,* pp. 347–408.

[35] J. A. Foulk, D. E. Akin, *et al.*, *New Low Cost Flax Fibers for Composites, 2000,* no. April 2016*,* pp. 2000-01–1133.

[36] K. L. Pickering, A. Efendy, *et al.*, *A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance,* Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2016,* vol. 83*,* no. April*,* pp. 98–112.

[37] A. Le Duigou, P. Davies, *et al.*, *Environmental impact analysis of the production of flax fibres to be used as composite material reinforcement,* Journal of Biobased Materials and Bioenergy*, 2011,* vol. 5*,* no. 1*,* pp. 153–165.

[38] G. A. Testoni, *In situ long-term durability analysis of biocomposites in the marine environment*, Thèse de Doctorat, 2016, L'École Nationale Supérieure des Mines de Paris.

[39] V. Sadrmanesh and Y. Chen, *Bast fibres : structure , processing , properties , and applications,* International Materials Reviews*, 2018,* vol. 0*,* no. 0*,* pp. 1–26.

[40] C. Baley, A. Le Duigou, *et al.*, *Influence of drying on the mechanical behaviour of flax fibres and their unidirectional composites,* Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2012,* vol. 43*,* no. 8*,* pp. 1226–1233.

[41] M. Assarar, D. Scida, *et al.*, *Influence of water ageing on mechanical properties and damage events of two reinforced composite materials: Flax-fibres and glass-fibres,* Materials and Design*, 2011,* vol. 32*,* no. 2*,* pp. 788–795.

[42] A. Le Duigou, P. Davies, *et al.*, *Seawater ageing of flax/poly(lactic acid) biocomposites,* Polymer Degradation and Stability*, 2009,* vol. 94*,* no. 7*,* pp. 1151–1162.

[43] A. Arbelaiz, B. Fernández, *et al.*, *Mechanical properties of short flax fibre bundle/polypropylene composites: Influence of matrix/fibre modification, fibre content, water uptake and recycling,* Composites Science and Technology*, 2005,* vol. 65*,* no. 10*,* pp. 1582–1592.

[44] C. P. L. Chow, X. S. Xing, *et al.*, *Moisture absorption studies of sisal fibre reinforced polypropylene composites,* Composites Science and Technology*, 2007,* vol. 67*,* no. 2*,* pp. 306–313.

[45] J. Zhu, H. Zhu, *et al.*, *Recent development of flax fibres and their reinforced composites based on different polymeric matrices,* Materials*, 2013,* vol. 6*,* pp. 5171–5198.

[46] E. Kvavadze, O. Bar-Yoset, *et al.*, *30,000-year-old wild flax fibers,* Science*, 2010,* vol. 328*,* no. 5986*,* pp. 0–1.

[47] D. E. Akin, *Flax Fiber,* Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology*, 2003,* vol. 11*,* pp. 588–623.

[48] H. L. Bos, *The potential of flax fibres as reinforcement for composite materials*, Thèse de Doctorat, 2004, Université Technique de Eindhoven.

[49] A. Elouaer, *Contribution à la compréhension et à la modélisation du comportement mécanique de matériaux composites à renfort en fibres végétales*, Thèse de Doctorat, 2011, Université de Reims Champagne-Ardenne.

[50] *Procotex Products - Flax Composites*. [Online]. Available: https://en.procotex.com/products/flax/composites.php. [Accessed: 19-Dec-2018].

[51] *Lincore*. [Online]. Available: http://www.agrobiobase.com/base/data/f_608/p_1346/images/main/thumb/lincore-cf-p1_w800_h800.jpg. [Accessed: 19-Dec-2018].

[52] K. G. Satyanarayana, G. G. C. Arizaga, *et al.*, *Biodegradable composites based on lignocellulosic fibers-An overview,* Progress in Polymer Science (Oxford)*, 2009,* vol. 34*,* pp. 982–1021.

[53] E. Sparnins, *Mechanical properties of flax fibers and their composites*, Thèse de Doctorat, 2006, Université de Technologie de Lulea.

[54] G. I. Williams and R. P. Wool, *Composites from natural fibers and soy oil resins,* Applied Composite Materials*, 2000,* vol. 7*,* pp. 421–432.

[55] www.lineo.eu, *LINEO - Advanced Flax Business case, 2018*. .

[56] *Eco Technilin, Raquette de tennis*. [Online]. Available: https://eco-technilin.com/fr/raquette-de-tennis/96-raquette-de-tennis-.html. [Accessed: 09-Jul-

2020].

[57] *Vélo IBNO Ventoux*. [Online]. Available: https://inbo.fr/fr/velos-bambou/9-le-ventoux.html. [Accessed: 09-Jul-2020].

[58] *El Capitan Ekoa Guitar - Blackbird Guitars*. [Online]. Available: https://www.blackbirdguitar.com/products/el-capitan. [Accessed: 09-Jul-2020].

[59] *Tesla Model S P100DL Electric GT race car track-tested by Top Gear veteran*. [Online]. Available: https://www.teslarati.com/tesla-model-s-p100dl-electric-gt-track-tested/. [Accessed: 09-Jul-2020].

[60] J. R. Duflou, Y. Deng, *et al.*, *Do fiber-reinforced polymer composites provide environmentally benign alternatives? A life-cycle-assessment-based study,* MRS Bulletin*, 2012,* vol. 37*,* no. 4*,* pp. 374–382.

[61] D. U. Shah, P. J. Schubel, *et al.*, *Can flax replace E-glass in structural composites? A small wind turbine blade case study,* Composites Part B: Engineering*, 2013,* vol. 52*,* pp. 172–181.

[62] L. B. S. Institution, *BS EN 61400-2:2006: Wind turbines -Part 2: Design requirements for small wind turbines*.2006.

[63] L. B. S. Institution, *BS-EN 61400-23:2002. In wind turbine generator systems – Part 23: full-scale structural testing of rotor blades*.2002.

[64] S. Liang, P. B. Gning, *et al.*, *A comparative study of fatigue behaviour of flax/epoxy and glass/epoxy composites,* Composites Science and Technology*, 2012,* vol. 72*,* no. 5*,* pp. 535–543.

[65] FAOSTAT Report, *Top 10 producers of flax for 2010-2016*, 2018.

[66] K. Charlet and A. Béakou, *Interfaces within flax fibre bundle: Experimental characterization and numerical modelling,* Journal of Composite Materials*, 2014,* vol. 48*,* no. 26*,* pp. 3263–3269.

[67] C. Mattrand, A. Béakou, *et al.*, *Numerical modeling of the flax fiber morphology variability,* Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2014,* vol. 63*,* pp. 10–20.

[68] A. Roudier, K. Charlet, *et al.*, *Caractérisation des propriétés biochimiques et hygroscopiques d'une fibre de lin*, in *Materiaux 2010*, 2010.

[69] C. Baley, *Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase,* Composites - Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2002,* vol. 33*,* no. 7*,* pp. 939–948.

[70] S. K. Batra, *Other long vegetable fibres*. Handbook of fiber chemistry, 1998.

[71] A. Thuault, *Approche multi-échelle de la structure et du comportement mécanique de la fibre de lin*, Thèse de Doctorat, 2011, Université de Basse Normandie.

[72] A. Bismarck, I. Aranbefwi-Askargorta, *et al.*, *Cellulose Fibers ; Surface Properties and the the Water Uptake Behavior,* Polymer Composites*, 2002,* vol. 23*,* no. 5*,* pp. 872–894.

[73] V. Tserki, N. E. Zafeiropoulos, *et al.*, *A study of the effect of acetylation and propionylation surface treatments on natural fibres,* Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2005,* vol. 36*,* no. 8*,* pp. 1110–1118.

[74] J. Acera Fernández, N. Le Moigne, *et al.*, *Role of flax cell wall components on the microstructure and transverse mechanical behaviour of flax fabrics reinforced epoxy biocomposites,* Industrial Crops and Products*, 2016,* vol. 85*,* pp. 93–108.

[75] K. Charlet, S. Eve, *et al.*, *Tensile deformation of a flax fiber,* Procedia Engineering*, 2009,* vol. 1*,* no. 1*,* pp. 233–236.

[76] J. Andersons, E. Sparnins, *et al.*, *Strength distribution of elementary flax fibres,* Composites Science and Technology*, Mar. 2005,* vol. 65*,* no. 3–4*,* pp. 693–702.

[77] A. Lefeuvre, A. Bourmaud, *et al.*, *Elementary flax fibre tensile properties: Correlation between stress-strain behaviour and fibre composition,* Industrial Crops and Products*, 2014,* vol. 52*,* pp. 762–769.

[78] C. Gourier, A. Le Duigou, *et al.*, *Mechanical analysis of elementary flax fibre tensile properties after different thermal cycles,* Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2014,* vol. 64*,* pp. 159–166.

[79] J. M. Lawther, *Natural organic fibers,* Comprehensive composite materials.*, 2000,* vol. 1*,* no. 10*,* pp. 303–325.

[80] K. Charlet, J. P. Jernot, *et al.*, *Influence of an Agatha flax fibre location in a stem on its mechanical, chemical and morphological properties,* Special Issue on the 12th European Conference on Composite Materials, ECCM 2006*, 2008,* vol. 69*,* no. 9*,* pp. 1399–1403.

[81] V. Bossuyt, *Etude de la structure et des propriétés mécaniques de la fibre de lin*, Thèse de Doctorat, 1941, Faculté des Sciences de Lille.

[82] C. Gourier, *Contribution à l 'étude de matériaux biocomposites à matrice thermoplastique polyamide-11 et renforcés par des fibres de lin*, Thèse de Doctorat, 2016, Université Bretagne Loire.

[83] V. Keryvin, M. Lan, *et al.*, *Analysis of flax fibres viscoelastic behaviour at micro and nano scales,* Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2015,* vol. 68.

[84] P. K. Mallick, *Fiber-reinforced composites: materials, manufacturing, and design*, 3rd edition. CRC Press, 2008.

[85] T. Thi Xuan Hang, T. A. Truc, *et al.*, *Corrosion protection of carbon steel by an epoxy resin containing organically modified clay,* Surface and Coatings Technology*, 2007,* vol. 201*,* no. 16–17*,* pp. 7408–7415.

[86] P. Nogueira, C. Ramírez, *et al.*, *Effect of water sorption on the structure and mechanical properties of an epoxy resin system,* Journal of Applied Polymer Science*, 2001,* vol. 80*,* no. 1*,* pp. 71–80.

[87] J. Zhu, K. Chandrashekhara, *et al.*, *Curing and Mechanical Characterization of a Soy-Based Epoxy Resin System,* J. Appl. Polym. Sci.*, 2004,* vol. 91*,* pp. 3513–3518.

[88] R. Thomas, D. Yumei, *et al.*, *Miscibility, morphology, thermal, and mechanical properties of a DGEBA based epoxy resin toughened with a liquid rubber,* Polymer*, 2008,* vol. 49*,* no. 1*,* pp. 278–294.

[89] Sicomin, *Data sheet Sr 8500 / Sz 8525 Epoxy Resin*, 2010.

[90] H. Nouailhas, C. Aouf, *et al.*, *Synthesis and properties of biobased epoxy resins. part 1. Glycidylation of flavonoids by epichlorohydrin,* Journal of Polymer Science, Part A: Polymer Chemistry*, 2011,* vol. 49*,* no. 10*,* pp. 2261–2270.

[91] *LINEO - FlaxPreg 110 Technical DataSheet*.

[92] *Sicomin SR8200 Technical Data Sheet*.2014.

[93] F. Ferdosian, Y. Zhang, *et al.*, *Curing kinetics and mechanical properties of bio-based epoxy composites comprising lignin-based epoxy resins,* European Polymer Journal*, 2016,* vol. 82*,* pp. 153–165.

[94] A. Amiri, N. Hosseini, *et al.*, *Advanced Biocomposites Made From Methacrylated Epoxidized Sucrose Soyate Resin Reinforced With Flax*, in *20th International Conference on Composite Materials*, 2015, no. July, pp. 19–24.

[95] G. Pitarresi, D. Tumino, *et al.*, *Thermo-mechanical behaviour of flax-fibre reinforced*

*epoxy laminates for industrial applications,* Materials*, 2015,* vol. 8*,* no. 11*,* pp. 7371–7388.

[96] M. Berges, *Mécanismes de dégradation sous sollicitations hydro-thermo-mécaniques de biocomposites et renforts en fibres végétales : application au développement de mobiliers urbains ultralégers et mobiles*, Thèse de Doctorat, 2018, Université de Bourgogne - Franche Comté.

[97] M. Berges, R. Léger, *et al.*, *Influence of moisture uptake on the static, cyclic and dynamic behaviour of unidirectional flax fibre-reinforced epoxy laminates,* Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Sep. 2016,* vol. 88*,* pp. 165–177.

[98] M. Hughes, J. Carpenter, *et al.*, *Deformation and fracture behaviour of flax fibre reinforced thermosetting polymer matrix composites,* Journal of Materials Science*, 2007,* vol. 42*,* no. 7*,* pp. 2499–2511.

[99] D. G. Hepworth, D. M. Bruce, *et al.*, *Manufacture and mechanical testing of thermosetting natural fibre composites,* Journal of Materials Science*, 2000,* vol. 35*,* pp. 293–298.

[100] H. P. S. Abdul Khalil, I. U. H. Bhat, *et al.*, *Bamboo fibre reinforced biocomposites: A review,* Materials & Design*, 2012,* vol. 42*,* pp. 353–368.

[101] M. Islam, K. Pickering, *et al.*, *Influence of Alkali Fiber Treatment and Fiber Processing on the Mechanical Properties of Hemp/Epoxy Composites,* Journal of Applied Polymer Science*, 2011,* vol. 119*,* no. 6*,* pp. 3696–3707.

[102] M. R. Hossain, M. a Islam, *et al.*, *Effect of Fiber Orientation on the Tensile Properties of Jute Epoxy Laminated Composite,* Journal of Scientific Research*, 2013,* vol. 5*,* p. 43.54.

[103] D. Scida, M. Assarar, *et al.*, *Influence of hygrothermal ageing on the damage mechanisms of flax-fibre reinforced epoxy composite,* Composites Part B: Engineering*, 2013,* vol. 48*,* pp. 51–58.

[104] C. Poilâne, Z. E. Cherif, *et al.*, *Polymer reinforced by flax fibres as a viscoelastoplastic material,* Composite Structures*, 2014,* vol. 112*,* no. 1*,* pp. 100–112.

[105] J. Varna, E. Sparnins, *et al.*, *Time-dependent behavior of flax/starch composites,* Mechanics of Time-Dependent Materials*, 2012,* vol. 16*,* no. 1*,* pp. 47–70.

[106] E. Kontou, G. Spathis, *et al.*, *Modeling of nonlinear viscoelasticity-viscoplasticity of bio-based polymer composites,* Polymer Degradation and Stability*, 2014,* vol. 110*,* no. December*,* pp. 203–207.

[107] A. Amiri, A. Yu, *et al.*, *Bio-based resin reinforced with flax fiber as thermorheologically complex materials,* Polymers*, 2016,* vol. 8*,* no. 4*,* pp. 1–14.

[108] C. Stochioiu, *Caractérisation Viscoélastique des matériaux biocomposites à base de fibre de lin*, Thèse de Doctorat, 2015, Unversité de Bourgogne Franche Compté.

[109] M. Belaïd, S. Fontaine, *et al.*, *Prediction of Dissipative Properties of Flax Fibers Reinforced Laminates by Vibration Analysis,* Applied Mechanics and Materials*, 2016,* vol. 822*,* pp. 411–417.

[110] S. Prabhakaran, V. Krishnaraj, *et al.*, *Sound and vibration damping properties of flax fiber reinforced composites,* Procedia Engineering*, 2014,* vol. 97*,* pp. 573–581.

[111] M. J. Le Guen, R. H. Newman, *et al.*, *Tailoring the vibration damping behaviour of flax fibre-reinforced epoxy composite laminates via polyol additions,* Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2014,* vol. 67*,* pp. 37–43.

[112] C. Santulli, M. Janssen, *et al.*, *Partial replacement of E-glass fibers with flax fibers in*

*composites and effect on falling weight impact performance,* Journal of Materials Science*, 2005,* vol. 40*,* no. 13*,* pp. 3581–3585.

[113] J. Meredith, R. Ebsworth, *et al.*, *Natural fibre composite energy absorption structures*, *Composites Science and Technology*, vol. 72, no. 2.pp. 211–217, 2012.

[114] J. Flynn, A. Amiri, *et al.*, *Hybridized carbon and flax fiber composites for tailored performance,* Materials & Design*, 2016,* vol. 102*,* pp. 21–29.

[115] L. Yan and N. Chouw, *Crashworthiness characteristics of flax fibre reinforced epoxy tubes for energy absorption application,* Materials & Design*, 2013,* vol. 51*,* pp. 629–640.

[116] D. W. Saunders, *Creep and relaxation of nonlinear viscoelastic materials*, vol. 19, no. 1. 1978.

[117] L. B. Eldred, W. P. Baker, *et al.*, *Kelvin-Voigt versus fractional derivative model as constitutive relations for viscoelastic materials,* AIAA Journal*, 1995,* vol. 33*,* no. 3*,* pp. 547–550.

[118] A. El-Hafidi, P. B. Gning, *et al.*, *Determination of dynamic properties of flax fibres reinforced laminate using vibration measurements,* Polymer Testing*, 2017,* vol. 57*,* no. February*,* pp. 219–225.

[119] R. Mohan and D. Adams, *Nonlinear creep-recovery response of a polymer matrix and its composites,* Experimental Mechanics*, 1985,* vol. 25*,* no. 3*,* pp. 262–271.

[120] F. C. Frank and L. John, *Application of time – temperature – stress superposition on creep of wood – plastic composites,* Mechanics of Time-Dependent Materials*, 2013,* vol. 17*,* pp. 427–437.

[121] W. I. Griffith;, *The Accelerated Characterization of Viscoelastic Composite Materials*, Thèse de Doctorat, 1980, Virgina Polytechnic Institute.

[122] H. Leaderman, *Elastic and Creep Properties of Filamentous Materials*, Thèse de Doctorat, 1941, Massachusetts Institute of Technology.

[123] B. Bernstein, E. A. Kearsley, *et al.*, *A Study of Stress Relaxation with Finite Strain,* Transactions of the society of rheology*, 1963,* vol. 7*,* pp. 391–410.

[124] A. E. Green and R. S. Rivlin, *The Mechanics of Non-Linear Materials with Memory,* Archive for Rational Mechanics and Analysis*, 1956,* vol. 1*,* no. 1*,* pp. 1–21.

[125] R. G. Larson and K. Monroe, *The BKZ as an alternative to the Wagner model fort fitting shear and elongational flow data of an LDPE melt,* Rheologica Acta*, 1984,* vol. 23*,* pp. 13–16.

[126] A. Vinet, *Identification d'une loi de comportement viscoélastique-viscoplastique pour des stratifiés aéronautiques*, Thèse de Doctorat, 1997, L'Ecole Nationale Superieure de Mecanique et d'Aerotechnique.

[127] R. a Schapery, *Nonlinear Viscoelastic and Viscoplastic Constitutive Equations Based on Thermodynamics,* Mechanics of Time-Dependent Materials*, 1997,* vol. 1*,* pp. 209–240.

[128] A. Muliana, A. Nair, *et al.*, *Characterization of thermo-mechanical and long-term behaviors of multi-layered composite materials,* Composites Science and Technology*, 2006,* vol. 66*,* no. 15*,* pp. 2907–2924.

[129] M. Katouzian, O. S. Brüler, *et al.*, *On the effect of temperature on the creep behavior of neat and carbon fiber reinforced PEEK and epoxy resin,* Journal of composite materials*, 1995,* vol. 29*,* no. 3*,* pp. 372–387.

[130] A. Horoschenkoff, *Characterization of the Creep 22 and J Compliances J Orthotropic*

*Composites with PEEK and Epoxy Matrices Using the Nonlinear Viscoelastic Response of the Neat Resins,* Journal of Coposite Materials*, 1989,* vol. 24*,* no. 8*,* pp. 879–891.

[131] A. Tougui, D. Gamby, *et al.*, *Nonlinear Photoviscoelasticity : Theory and Measurement, 1983,* no. September.

[132] D. Gamby and L. Blugeon, *On the characterization by Schapery's model of non-linear viscoelastic materials,* Polymer Testing*, 1987,* vol. 7*,* no. 2*,* pp. 137–147.

[133] L.-O. Nordin and J. Varna, *Methodology for Parameter Identification in Nonlinear Viscoelastic Material Model,* Mechanics of Time-Dependent Materials*, 2005,* vol. 9*,* no. 4*,* pp. 57–78.

[134] J. Mui, *Viscoelastic-viscoplastic model to predict creep in a random chopped mat thermoplastic composite*, Thèse de Doctorat, 2009, Université de Waterloo.

[135] L. O. Nordin and J. Varna, *Nonlinear viscoelastic behavior of paper fiber composites,* Composites Science and Technology*, 2005,* vol. 65*,* no. 10*,* pp. 1609–1625.

[136] J. Varna, L. Pupure, *et al.*, *Incremental forms of Schapery's model: convergence and inversion to simulate strain controlled ramps,* Mechanics of Time-Dependent Materials*, 2016,* vol. 20*,* no. 4*,* pp. 535–552.

[137] R. M. Guedes, a T. Marques, *et al.*, *Analytical and experimental evaluation of nonlinear viscoelastic-viscoplastic composite laminates under creep, creep-recovery, relaxation and ramp loading,* Mechanics of Time-Dependent Materials*, 1998,* vol. 2*,* no. 2*,* pp. 113–128.

[138] H. Leaderman, *Elastic and Creep Properties of Filamentous Materials and other high Polymers*. Washington DC: The Textile foundation, 1943.

[139] Y. Lou and R. A. Schapery, *Viscoelastic Characterization of a Nonlinear Fiber-Reinforced Plastic,* Journal of Composite Materials*, 1971,* vol. 5*,* no. April*,* pp. 208–234.

[140] E. Marklund, J. Eitzenberger, *et al.*, *Nonlinear viscoelastic viscoplastic material model including stiffness degradation for hemp/lignin composites,* Composites Science and Technology*, 2008,* vol. 68*,* pp. 2156–2162.

[141] F. Richard, C. Poilâne, *et al.*, *A viscoelastoplastic stiffening model for plant fibre unidirectional reinforced composite behaviour under monotonic and cyclic tensile loading,* Composites Science and Technology*, 2018,* vol. 167*,* no. August*,* pp. 396–403.

[142] L. J. Zapas and J. M. Crissman, *Creep and recovery behaviour of ultra-high molecular weight polyethylene in the region of small uniaxial deformations,* Polymer*, 1984,* vol. 25*,* no. 1*,* pp. 57–62.

[143] L. O. Nordin and J. Varna, *Nonlinear viscoplastic and nonlinear viscoelastic material model for paper fiber composites in compression,* Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2006,* vol. 37*,* no. 2*,* pp. 344–355.

[144] K. Giannadakis and J. Varna, *Analysis of nonlinear shear stress-strain response of unidirectional GF/EP composite,* Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2014,* vol. 62*,* no. July*,* pp. 67–76.

[145] S. Masoumi, M. Salehi, *et al.*, *Multiscale analysis of viscoelastic laminated composite plates using generalized differential quadrature,* Acta Mechanica*, 2012,* vol. 223*,* no. 11*,* pp. 2459–2476.

[146] M. Megnis and J. Varna, *Nonlinear viscoelastic, viscoplastic characterization of unidirectional GF/EP composite,* Mechanics of Time-Dependent Materials*, 2003,* vol. 7*,* no. 3–4*,* pp. 269–290.

[147] M. Megnis and J. Varna, *Micromechanics based modeling of nonlinear viscoplastic response of unidirectional composite,* Composites Science and Technology*, 2003,* vol. 63*,* no. 1*,* pp. 19–31.

[148] A. Rubio-López, T. Hoang, *et al.*, *Constitutive model to predict the viscoplastic behaviour of natural fibres based composites,* Composite Structures*, 2016,* vol. 155*,* pp. 8–18.

[149] A. D. Drozdov, A. L. Høg Lejre, *et al.*, *Viscoelasticity, viscoplasticity, and creep failure of polypropylene/clay nanocomposites,* Composites Science and Technology*, 2009,* vol. 69*,* no. 15–16*,* pp. 2596–2603.

[150] Lineo, *Technical Data Sheet - FlaxPreg T-UD, 2019*.

[151] Sicomin, *Sicomin SR 8200 / SD 720x Epoxy resin Data sheet, 2014*.

[152] T. CADU, *Contribution au développement de l'utilisation des fibres naturelles dans les composites structuraux. Étude du comportement d'un composite Lin/Epoxy lors d'un vieillissement hygrothermique*, Thèse de Doctorat, 2018, Université de Bourgogne - Franche Comté.

[153] M. Khalfallah, B. Abbès, *et al.*, *Innovative flax tapes reinforced Acrodur biocomposites: A new alternative for automotive applications,* Materials and Design*, 2014,* vol. 64*,* pp. 116–126.

[154] Y. Zhang, Y. Li, *et al.*, *Tensile and interfacial properties of unidirectional flax/glass fiber reinforced hybrid composites,* Composites Science and Technology*, 2013,* vol. 88*,* pp. 172–177.

[155] K. Oksman, *High Quality Flax Fibre Composites Manufactured by the Resin Transfer Moulding Process,* Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 2001,* vol. 20*,* no. 07*,* pp. 621–627.

[156] D. U. Shah, *Damage in biocomposites: Stiffness evolution of aligned plant fibre composites during monotonic and cyclic fatigue loading,* Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2016,* vol. 83*,* pp. 160–168.

[157] C. Poilâne, A. Vivet, *et al.*, *Propriétés mécaniques de préimprégnés lin/époxyde,* Comptes Rendus des JNC 16*, 2009*.

[158] V. Placet, *Characterization of the thermo-mechanical behaviour of Hemp fibres intended for the manufacturing of high performance composites,* Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2009,* vol. 40*,* no. 8*,* pp. 1111–1118.

[159] J. Varna, *Characterization of viscoelasticity, viscoplasticity and damage in composites,* Creep and fatigue in polymer matrix composites*, 2011,* pp. 514–542.

[160] A. Bravo, L. Toubal, *et al.*, *Development of novel green and biocomposite materials: Tensile and flexural properties and damage analysis using acoustic emission,* Materials and Design*, 2015,* vol. 66*,* no. PA*,* pp. 16–28.

[161] M. Aslan, *Investigation of damage mechanism of flax fibre LPET commingled composites by acoustic emission,* Composites Part B: Engineering*, 2013,* vol. 54*,* no. 1*,* pp. 289–297.

[162] S. Turner and G. Godwin, *Mechanical testing of plastics, 2nd ed.* Longman Group Limited, 1983.

[163] J. Varna, L. Rozite, *et al.*, *Non-linear behaviour of PLA based flax composites,* Plastics, Rubber and Composites*, 2012,* vol. 41*,* no. 2*,* pp. 49–60.

[164] S. E. Boyd, *Compression Creep Rupture of an E-glass / Vinyl Ester Composite Subjected to Combined Mechanical and Fire Loading Conditions*, Thèse de Doctorat, 2006,

L'Université de Virginie.

[165] D. Peretz and Y. Weitsman, *Nonlinear Viscoelastic Characterization of FM-73 Adhesive,* Journal of Rheology*, 1982,* vol. 26*,* no. 3*,* pp. 245–261.

[166] S. E. Boyd, J. J. Lesko, *et al.*, *The thermo-viscoelastic, viscoplastic characterization of Vetrotex 324/Derakane 510A-40 through Tg,* Journal of Engineering Materials and Technology, Transactions of the ASME*, 2006,* vol. 128*,* no. 4*,* pp. 586–594.

[167] M. E. Tuttle and H. F. Brinson, *Prediction of the long-term creep compliance of general composite laminates,* Experimental Mechanics*, 1986,* vol. 26*,* no. 1*,* pp. 89–102.

[168] E. Koontz, V. Blouin, *et al.*, *Prony series spectra of structural relaxation in N-BK7 for finite element modeling,* The Journal of Physical Chemistry A*, 2012,* vol. 116*,* no. 50*,* pp. 12198–12205.

[169] W. B. Luo, C. H. Wang, *et al.*, *Application of Time-Temperature-Stress Superposition Principle to Nonlinear Creep of Poly(methyl methacrylate),* Key Engineering Materials*, 2007,* vol. 340–341*,* pp. 1091–1096.

[170] J. Lai and A. Bakker, *3-D schapery representation for non-linear viscoelasticity and finite element implementation,* Computational Mechanics*, 1996,* vol. 18*,* no. 1993*,* pp. 182–191.

[171] J. Sorvari, *Modelling Methods for Viscoelastic Constitutive Modelling of Paper*, Thèse de Doctorat, 2009, Université de Kuopio.

[172] M. Henriksen, *Nonlinear viscoelastic stress analysis-a finite element approach,* Computers and Structures*, 1984,* vol. 18*,* no. 1*,* pp. 133–139.

[173] R. M. Haj-Ali and A. H. Muliana, *Numerical finite element formulation of the Schapery non-linear viscoelastic material model,* International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 2004,* vol. 59*,* no. 1*,* pp. 25–45.

Bibliographie

Bibliographie

**Titre :** Contribution à l'étude du comportement visco-élastoplastique d'un composite structural lin/époxy

**Mots clés :** Fibre de lin, Biocomposite, Viscoélasticité, Viscoplasticité Fluage

**Résumé :** L'étude présenté dans ce manuscrit s'inscrit dans le contexte global du développement de nouveaux matériaux, ayant une empreinte environnementale réduite. Parmi les possibilités actuellement explorées (notamment en Europe), les composites à renfort de fibres de lin sont une solution prometteuse. En effet, la faible densité et les propriétés mécaniques élevées des fibres de lin, ainsi que leur faible coût énergétique, permettent d'envisager leur utilisation dans des composites structuraux, en remplacement des fibres de verres. Ces composites biosourcés font déjà l'objet de plusieurs applications. Cependant, plusieurs verrous scientifiques et techniques, notamment leur comportement à long terme, limitent leur utilisation dans des conditions sévères de chargement.

La thèse propose d'étudier le comportement en fluage des matériaux composites à renfort de lin unidirectionnel, dans la direction des fibres. En effet, même si le comportement viscoélastique et viscoplastique de ces composites est bien avéré, peu d'études ont été consacrés à ce type de chargement.

Ainsi, des essais cyclés de fluage/recouvrance à durée et à contrainte variable ont permis de déterminer la dépendance en temps et contrainte du comportement.

Ces essais ont également permis de montrer l'existence d'un seuil en contrainte pour l'apparition de déformation non-recouvrable assimilée à des déformations viscoplastiques.

Les résultats ont permis ensuite de proposer une loi de comportement, composée d'un modèle viscoélastique non-linéaire de Schapery et d'un modèle viscoplastique de Zapas-Crissman. Les paramètres de la loi ont été identifiés à partir des essais de fluage/recouvrance. Ce modèle permet de rendre compte de manière satisfaisante de la déformation du composite lors d'essais de fluage/recouvrance et lors d'essais de traction cyclés. Par ailleurs, ce modèle a également permis de simuler des essais de traction monotone à différentes vitesses de chargement et de reproduire le comportement non-linéaire caractéristique de ces matériaux.

**Title:** Contributions to the study of the Visco-elastoplastic behavior of a flax fiber – epoxy resin structural composite

**Keywords:** Flax fiber, Biocomposite, Viscoelasticity, Viscoplasticity, Creep

**Abstract:** The study presented in the manuscript is positioned in a large context of development of new materials, with a reduced environmental impact. From the possibilities currently under scrutiny (especially in Europe), flax fiber reinforced composites are the most promising. Thanks to their low density and high mechanical properties, as well as their low energy costs, fuel the idea of their usage in structural composites, by replacing glass fibers. These biocomposites are already implemented in numerous applications. However, several scientifical and technical unknowns, especially their long-term behavior, are hindering their use in domains of high load conditions.

The thesis proposes to study the time dependent behavior of unidirectional reinforced composites, on the fiber direction. Even though it is largely accepted that the material behavior is viscoelastic and viscoplastic, few studies are dedicated to its analysis.

Thus, multi cycled creep/recovery tests with variable creep stress and durations have allowed to determine the behavior's dependence on stress and time. These tests have also allowed to determine the existence of a stress limit for plastic deformation appearance. They have been associated with the viscoplastic behavior.

The results have, afterwards, allowed to propose a behavior law, composed of Schapery's model for non-linear viscoelasticity and Zapas-Crissman's model for viscoplasticity. The law parameters have been identified with the help of the creep/recovery tests. The model is capable of predicting the material response in deformation for creep recovery tests as well as load/unload tests. Simulations have also shown the model's capability to reproduce traction tests with different loading speeds and to reproduce the nonlinear behavior specific to these composite materials.