# CFA/VISHNO 2016

# Propriétés Dynamiques d'un Composite Bio-Sourcé Renforcé par des Fibres de Lin

H. Daoud<sup>a</sup>, A. El Mahi<sup>a</sup>, J.-L. Rebière<sup>a</sup>, M. Taktak<sup>b</sup> et M. Haddar<sup>b</sup> <sup>a</sup>Université de Maine, Laboratoire d'Acoustique de l'UM UMR CNRS 6613-Av. O. Messiaen, 72085 Le Mans, France <sup>b</sup>Laboratoire Mécanique, Modélisation et Production, route de soukra KM 4, LA2MP-ENIS,Université de Sfax, Route de Soukra, 3038 Sfax, Tunisie hajer.daoud.etu@univ-lemans.fr



Cette étude présente une caractérisation des propriétés mécaniques en statique, en fatigue et en vibration d'un écocomposite stratifié constitué de fibres de lin et d'une résine époxy partiellement biosourcée. Les différents modules de l'ingénieur ont été déterminés, dans un premier temps, par des essais de traction uni-axiale sur des éprouvettes unidirectionnelles orientées à 0°, 45° et 90°. Ensuite, le comportement en fatigue cyclique du stratifié unidirectionnel orienté à 0° a été analysé en flexion 3-points. L'énergie dissipée et le coefficient d'amortissement de ce matériau ont été déterminés à partir des données expérimentales de la charge et du déplacement pour chaque cycle de fatigue. Enfin, une analyse vibratoire a été effectuée sur des éprouvettes unidirectionnelles pour différentes orientations des fibres. Elle a été réalisée à l'aide d'un marteau d'impact dans le cas d'une configuration encastrée/libre. Elle a permis de mesurer la fréquence et l'amortissement du matériau pour chaque pic de résonance. Les résultats obtenus ont été comparés à ceux d'un stratifié constitué de fibres de verre et de résine époxy. Cette analyse a permis de montrer que le composite constitué de fibres naturelles possède des caractéristiques dynamiques plus intéressantes que celui constitué de fibres de verre.

### **1** Introduction

Dans la course mondiale vers la production des produits écologiques et recyclables, les fibres naturelles représentent une ressource naturelle inépuisable et une alternative très intéressante du point de vue propriétés mécaniques relatives, coût et surtout au respect de l'environnement. Ainsi, en remplaçant les fibres synthétiques par des fibres végétales, il est possible de conserver les hautes performances des matériaux composites tout en utilisant des ressources renouvelables et biodégradables. En effet, l'utilisation des matériaux éco-composites s'est développée ces dernières années dans plusieurs secteurs industriels [1]. Plusieurs recherches ont été menées afin de caractériser les composites renforcés par des fibres naturelles de lin, jute, chanvre, sisal, bambou...etc. Parmi ces différents renforts utilisés, les fibres de lin sont les plus répandues grâce à leurs performances mécaniques intéressantes ainsi que leur grande disponibilité en France [2].

Les caractéristiques statiques des composites renforcés par des fibres de lin ont été étudiées par Abdul Nasir et al. [3] et Sam-Brewet et al. [4]. Ils ont montré que ce type de composite possède des propriétés mécaniques importantes en raison de leurs faibles densités. De plus Liang et al. [5], Bensadoum et al. [6] ont effectué des essais de fatigue sur des éprouvettes de composites en lin/époxy. Ainsi, ils ont trouvé que l'architecture de la fibre de lin a un effet important sur le comportement en fatigue du composite. Pour améliorer les caractéristiques mécaniques des écocomposites, Assarar et al. [7] ont ajouté des fibres de carbone pour constituer des compositeshybrides carbone/lin/époxy.

Dans ce cadre, cette étude porte sur la caractérisation en statique, en fatigue et en vibration d'un bio-composite constitué de fibres de lin et d'une résine bio-époxy. Des essais de traction et de flexion en statique et en fatigue cyclique permettront de déterminer les caractéristiques élastiques et à la rupture ainsi que le comportement en fatigue du matériau. Enfin, les caractéristiques dynamiques en vibration seront déterminées et comparées aux résultats obtenus dans le cas des stratifiés unidirectionnels constitués de fibres de verre et de résine époxy.

### 2 Matériaux et mise en œuvre

Les matériaux étudiés dans ce travail sont des écocomposites stratifiés constitués de fibres continues de lin et d'une résine époxy partiellement bio-sourcée (56%). Les fibres ont été découpées de  $40x40 \text{ cm}^2$  puis séchées en étuve pendant une heure à  $110^{\circ}$ C. La résine « Greenpoxyresin 56 » a été mélangée avec 40% de son durcisseur. La mise en œuvre de ce composite est réalisée par moulage au contact sous vide par la technique dite « du sac ». Elle consiste à imprégner les différentes couches à température ambiante et les mettre sous vide entre un moule et un contre moule après interposition des agents et des tissus de démoulage.

L'ensemble est ensuite mis dans un sac bien étanche, sous vide avec une pression de 0.7 bar. Les plaques obtenues sont exposées à température ambiante pendant au moins une semaine pour s'assurer de la polymérisation complète de la résine. Ainsi, des éprouvettes d'essais ont été découpées à l'aide d'une tronçonneuse à disque diamanté.

# 3 Caractérisation Mécanique

#### 3.1 Essais de traction

Le composite lin/époxy est caractérisé par des essais de traction des éprouvettes à fibres unidirectionnelles à 0°, 45° et 90°. Les essais ont été effectués sur une machine de traction MTS universelle équipée des mors auto-serrant et d'un capteur d'effort de 100 kN dont la vitesse de déplacement utilisée est de 1 mm/min.

Les éprouvettes testées ont une longueur L=250mm, une largeur b=25mm et une épaisseur e=3.5 mm. Les essais sont effectués conformément à la norme française NF T57-101.Ces essais sont effectués dans le but de déterminer les modules de l'ingénieur. Le module longitudinal  $E_1$  et le coefficient de poisson  $v_{12}$  sont mesurés à partir des essais sur des éprouvettes unidirectionnelles découpées dans la direction des fibres. Le module transversal  $E_2$  est mesuré à partir des essais sur des éprouvettes unidirectionnelles découpées à 90° par rapport à la direction des fibres. Le module de cisaillement est obtenu à partir des essais sur des éprouvettes unidirectionnelles découpées à 45° par rapport à la direction des fibres. Ce module est déterminé par l'expression suivante :

$$\frac{1}{E_{12}} = \frac{4}{E_{45}} - \frac{1}{E_1} - \frac{1}{E_2} + 2\frac{v_{12}}{E_1}$$
(1)

Le tableau 1 présente les valeurs moyennes des caractéristiques mécaniques obtenues avec au moinscinq éprouvettes par configuration.

Tableau 1. Modules de l'ingénieur du composite lin/époxy

$E_1$ (GPa)	$E_2$ (GPa)	$G_{12}$ (GPa)	$v_{12}$
22.2	3.2	1.33	0.32



Figure 1.Comportement en traction longitudinale d'un compositeunidirectionnel lin/époxy

Le comportement en traction du composite lin/époxy est présenté dans la figure 1. La courbe montre un comportement différent de celui d'un composite à fibres synthétiques [8]. En effet, on peut constater sur la courbe contrainte/déformation deux parties linéaires séparées par un coude. Cette bilinéarité est due à la morphologie des fibres naturelles de lin[9,10]. La première partie linéaire présente la mise en charge globale des fibres. Elle correspond à la déformation élastique des parois cellulaires de ces fibres. La seconde zone incurvée correspond à un alignement progressif des micros fibrilles avec l'axe de la fibre. Elle peut être associée à la déformation viscoélastique des fibres. Enfin, la dernière zone présente la réponse élastique des fibres dans leur nouvelle organisation micro fibrillaire. Les éprouvettes unidirectionnelles à  $0^\circ$  ont rompu pour un niveau du chargement élevé et présentent une rupture complète au niveau des fibres et de la matrice, accompagnée par un délaminage entre les différentes couches. La rupture des éprouvettes unidirectionnelles à 45° a été observée dans la zone utile et suivant la direction des fibres. Elle a eu lieu pour des niveaux de chargement moins élevés que précédemment. Un déchaussement des fibres a été bien visible dans ce cas. En ce qui concerne les éprouvettes unidirectionnelles à 90°, la rupture a eu lieu dans la zone utile perpendiculairement à l'axe de traction et pour des niveaux de chargements très faibles. Les deux parties de l'éprouvette sont reliées par des fibres déchaussées.

Une variabilité des résultats a été observée sur la rupture des éprouvettes. Celle-ci est principalement due aux variations locales des propriétés du lin.

Le tableau 2 ci-dessous illustre les valeurs moyennes des contraintes et des déformations à la rupture pour des éprouvettes unidirectionnelles et pour différentes orientations des fibres.

Tableau2.Caractéristic	ues à la	rupture	en traction

Orientationdes fibres (°)		$0^{\circ}$	45°	90°
Contrainte à la rupture (MPa)	)	200	22.4	14
Déformation à la rupture (%)		1.2	0.01	0.005

#### 3.2 Essai de flexion

Dans le but d'évaluer le comportement en statique d'un composite lin/epoxy, des essais de flexion trois points ont été effectués sur des éprouvettes unidirectionnelles orientées à 0°. La vitesse de déplacement imposée est de 2 mm/min et une cellule de charge de 5 kN est utilisée. Les éprouvettes ont une longueur L=100mm, une largeur b=15mm, une épaisseur e=3.5mm et une distance entre appuis d=56mm. Les essais ont été effectués conformément à la norme française NF T57-104. La figure 2 montre l'évolution de la charge en fonction du déplacement au cours de l'essai. L'analyse de ces résultats montre une première partie linéaire suivie d'un comportement non linéaire jusqu'à une charge maximale ou une chute assez rapide de la charge se produit. La rupture des éprouvettes a eu lieu au niveau de la couche inférieure du stratifié donc une rupture en traction du stratifié. Une fissure à l'intérieur du composite a été bien visible. Les valeurs moyennes des caractéristiques mécaniques élastiques et à la rupture ont été calculées à partir des résultats d'au moins cinq éprouvettes et sont reportées dans le tableau 2.

Table 3. Caractéristiques en flexion trois points

Charge à la rupture (N)	560
Déplacement à la rupture (mm)	4.6
Rigidité (N/mm)	264
Contrainte à la rupture (MPa)	263
Module d'élasticité en flexion (GPa)	18



Figure 2. Comportement en flexion trois points d'un composite unidirectionnel lin/époxy

#### 3.3 Essai de fatigue cyclique

Le phénomène de fatigue cyclique des matériaux est caractérisé par la rupture après un grand nombre de cycles de chargement ayant une amplitude inférieure à la résistance à la rupture du matériau en statique. Dans le but de caractériser la durabilité de ce matériau, des essais de fatigue ont été menés en flexion trois points en contrôlant le déplacement. Le déplacement moyen est maintenu constant égal à 40% du déplacement à la rupture en statique  $(d_{moy}/d_{rup})$ . La forme d'onde est sinusoïdale avec une fréquence de 5 Hz. Le niveau de chargement  $r (d_{max}/d_{rup})$  est maintenu à 50%. Au cours de cet essai, le déplacement et la charge ont été enregistrés jusqu'à 1 million de cycles.

La figure 3 donne le résultat typique des essais de fatigue sur un stratifié à fibres de lin. Elle représente l'évolution de la charge maximale en fonction du nombre de cycles de fatigue. La charge maximale  $F_{\text{max}}$  est rapportée à celle obtenue dans le premier cycle  $F_{0\text{max}}$ .

La perte de la rigidité caractérisée par le rapport  $(F_{\max}/F_{0\max})$  jusqu'à 1 million de cycles se déroule en deux phases : Dans un premier temps se manifeste une diminution brutale (30%) dès les premiers cycles, la diminution devient ensuite très lente dans la deuxième phase, correspondant à la quasi-totalité de la durée de

l'essai. Les deux phases de la courbe peuvent être associées d'abord à la déformation élastique des parois cellulaires des fibres et à l'initiation et la multiplication de la fissuration de la résine et des fibres pour la première phase. Ensuite à la propagation stable de ces fissures durant la deuxième phase.



Figure 3. Evolution de la charge maximale en fonction du nombre de cycles

Au cours des essais de fatigue, 200 points expérimentaux au moins sont enregistrés pour chaque cycle. Les cycles d'hystérésis sont ensuite obtenus à partir des données expérimentales de la charge et du déplacement en fonction du temps. Nous avons reporté dans la figure 4 l'évolution du cycle d'hystérésis en fonction du nombre de cycles. Pour la clarté de la présentation des figures, ces courbes ont été translatées suivant l'axe des abscisses (déplacement 0.2 mm). La charge maximale représentée par le pic de la courbe force-déplacement diminue lorsque le nombre de cycles augmente, alors que l'aire intérieure du cycle d'hystérésis augmente avec l'augmentation du nombre de cycles. La diminution de la charge maximale et l'augmentation du l'aire du cycle d'hystérésis aveclenombre de cycles est la conséquence du développement de l'endommagement régie par la dégradation au cours de la fatigue du stratifié.



Figure 4. Boucles d'hystérésis pour des essais de fatigue cyclique en flexion trois points

L'énergie dissipée est une quantitéutile pourl'estimation du comportement en fatigue descomposites. Cette énergieest dissipée par le matériau lorsqu'il subit un impact. Dans notre étude, les éprouvettes sont chargéesen flexion, puis soumises à la fatigue cyclique. Lorsque la charge est suffisamment grande la déformation plastique et les dommages sont induits et la courbe de la charge en fonction du déplacement est de la forme d'une boucle, due à l'hystérésis, c'est-à-dire à la perte de l'énergie. L'aire intérieure engendrée par ces courbes représente l'énergie dissipée au cours du cyclage tandis que l'aire sous la partie supérieure (partie de chargement) du cycle d'hystérésis représente l'énergie potentielle maximale au cours de cyclage. L'énergie potentielle maximale  $E_p$  et l'énergie dissipée  $E_d$  sont calculées numériquement en utilisant une simple sommation de l'aire à l'aide de la formule de trapèze.

La figure 5 présente l'évolution de l'énergie dissipée en fonction du nombre de cycles. L'énergie dissipée diminue lorsque le nombre de cycles augmente. Cette diminution est beaucoup plus marquée dans les premiers cycles et devient pratiquement constante pour un nombre de cycles élevé. Au début du cyclage, la déformation et le redressement des fibres de lin se fait de manière réversible, ensuite le stratifié commence à s'endommager. Au bout de quelques centaines de cycles, l'énergie dissipée est devenue pratiquement constante.



Figure 5. Evolution de l'énergie dissipée Ep en fonction du nombre de cycles

La dissipation d'énergie dans les matériaux composites est induite par différents procédés, tels que le comportement viscoélastique des fibres et de la matrice, l'amortissement à l'interfacefibre/matrice et l'amortissement due aux dommages. Dans les essais de fatigue cycliques, le facteur d'amortissement par cycle est donné par le rapport entre l'énergie dissipée  $(E_d)$  et l'énergie potentielle maximale emmagasinée  $(E_p)$  par cycle. Ainsi le facteur d'amortissement est donné par l'expression suivante :

$$\eta = \frac{E_p}{2\pi E_t} \tag{2}$$

La figure6 illustrel'évolutiondu coefficient d'amortissement en fonction du nombrede cycles. Ce résultat montre une légère augmentation de l'amortissement avec l'augmentation du nombre de cycles qui est de l'ordre de 0.2%.



Figure 6. Evolution du facteur d'amortissement en fonction du nombre de cycles

#### 4. Comportement vibratoire

L'étude expérimentale que nous avons menéeprécédemment a montré que les performances mécaniques déduites en statique et en fatigue cyclique des matériaux composites dépendent de plusieurs paramètres (orientation des fibres, type de sollicitation, fréquence de sollicitation, etc.). La connaissance des propriétés en statique et en fatigue ne suffit pas puisque le développement de ces matériaux dans les hautes technologies nécessite des informations complémentaires sur les propriétés dynamiques. Il est donc intéressant d'analyser l'influence desparamètres considérés en statique et en fatigue sur le comportement dynamique des matériaux composites bio-sourcés. L'objectif de cette étude est de mettre en place un processus d'analyse expérimentale de l'amortissement des composites stratifiés bio-sourcés, puis ensuite de présenter les résultats expérimentaux obtenus dans le cas des différents matériaux étudiés.

L'analyse modale expérimentale des vibrations avec excitation par impact présente l'avantage d'être assez simple à mettre en œuvre. La figure 7 montre le dispositif expérimental utilisé pour étudier les vibrations des poutres en configuration encastrée/libre. La poutre est excitée en un point à l'aide d'un marteau d'impact et la réponse est détectée en un autre point de la structure à l'aide d'unaccéléromètre. Les signaux d'excitation de la poutre et de sortie de l'accéléromètre sont ensuite numérisés et traités par un analyseur dynamique de signaux développé par la société SigLab. Cet analyseur est constitué d'une carte d'acquisition et de traitement, associée à un logiciel résidant de contrôle et de traitement des signaux.

L'étude expérimentale a été réalisée sur des éprouvettes en matériau unidirectionnel (0, 15, 30, 45, 60, 75 et 90°). La fréquence et l'amortissement des matériaux ont été mesurés en flexion de poutres, au pic de résonance de la réponse en fréquence de la poutre. Cette analyse permet d'obtenir les valeurs des fréquences propres $f_i$ et du coefficient d'amortissement modal $\eta_i$ . de chaque mode. Le coefficient d'amortissement du matériau est évalué par la méthode de la bande passante (HPB method), utilisée par de nombreux auteurs [11-13]; dont le coefficient d'amortissement s'écrit :

$$\eta_i = \frac{\Delta f_i}{f_i} = \frac{f_2 - f_1}{f_0}$$
(3)



Figure 7.Dispositif expérimental

Les mesures ont été réalisées pour les quatre premiers modes de flexion pour chaque échantillon, pour trois longueurs différentes et des orientations de fibres allant de 0 à 90°.La figure 8 présente l'évolution de la fréquence en fonction de l'orientation des fibres des quatre premiers modes de vibration. Pour un mode de vibration donné, la fréquence diminue avec l'augmentation de l'orientation des fibres. En effet, la fréquence propre est proportionnelle à la rigidité du matériau qui est plus élevée lorsque les fibres sont orientées à 0°



Figure 8. Variation de la fréquence en fonction del'orientation des fibres pour les 4 premiers modes de vibrationpour une éprouvette de longueur de 250 mm

A titre d'exemple, la figure 9 présente la variation du facteur d'amortissement en fonction de la fréquence pour trois orientations (0, 45 et 90°). Nous observons que, pour une orientation donnée, l'amortissement diminue lorsque la fréquence croît.





Figure 9. Variation du facteur d'amortissement en fonction de la fréquence pour le stratifié orienté à : a)  $0^\circ$ , b)  $45^\circ$  et c)  $90^\circ$ 

Les variations du facteur d'amortissement en fonction de l'orientation pour les fibres unidirectionnelles sont reportées sur les figures 10 pour quatre fréquences 50, 200, 500 et 1000 Hz. Les courbes expérimentales font apparaître un maximum au voisinage d'une orientation de 75° des fibres un facteur de perte pratiquement constant pour les autres orientations.



Figure 10. Variation du facteur d'amortissement en fonction del'orientation des fibres

La figure 11 compare les résultats obtenus dans un stratifié à fibres de lin/Green-époxy et un starifié verre/époxy [13] pour trois orientations (0, 45 et 90°).Dans le cas du stratifié constitué de fibres de verre, le facteur de perte augmente légèrement lorsque la fréquence augmente ; alors qu'il diminue dans le cas du stratifié à fibres de lin. Pour une fréquence donnée, le facteur d'amortissement du

stratifié à fibres de lin est supérieur à celui constitué de fibres de verre



Figure 11. Comparaison du facteur d'amortissement en fonction de la fréquence pour les stratifiés à fibres de lin et de verre orientés à : a) 0°, b) 45° et c) 90°

# **5** Conclusion

L'objectif de cette étude était d'analyser le comportement en statique et en dynamique des composites stratifiés bio-sourcés. Pour mettre en place cette étude, nous avons choisi dans un premier temps de caractériser ces matériaux en statique et en fatigue.Nous avons analysé le comportement de ces matériaux dans le cas où ils sont soumis à la traction et à la flexion trois points. Cette analyse s'est attachée à mettre en place un processus d'évaluation expérimentale du comportement mécanique des matériaux en statique, en fatigue et d'évaluer les caractéristiques élastiques et à la rupture.

Le développement des matériaux composites biosourcés dans des domaines où ils sont soumis à des vibrations permanentes, nous a conduits à mettre en place une étude sur le comportement dynamique de ces matériaux. C'est dans ce contexte que nous avons développé une analyse expérimentale pour évaluer la fréquence et l'amortissement de ces matériaux.Cette analyse a été menée dans le cas de flexion de poutres. La réponse à une impulsion a été établie et l'amortissement a été déduit des essais. Les résultats obtenus ont permis d'évaluer les caractéristiques dynamiques pour différentes orientations des fibres dans le cas de composites à fibres unidirectionnelles. Ils montrent une diminution significative du coefficient d'amortissement en fonction de la fréquence. La confrontation des résultats obtenus dans les stratifiés à fibres de lin avec ceux obtenus dans des stratifiés à fibres de verre, montre un excellent pouvoir d'amortissement des composites à fibres de lin

# Références

- Faruk O., Bledzki A.K., FinkH.P.andSain M. "Biocomposites reinforced with natural fibers" 2000– 2010, Progress in Polymer, Science 37, 1552–1596 (2012).
- [2] YanL., ChouwN.,andJayaramanK. "Flax fibre and itscomposites" A review, Composites: Part B 56, 296–317, (2014).
- [3] Abdul Nasir A.A., Azmi A.I. and Khalil A.N.M."Measurement and optimisation of residual tensilestrength and delamination damage of drilled flax fibrereinforced composites" Measurement,75, 298–307, (2015).
- [4] Sam-Brew S., Smith G. D., "Flax and Hemp fiberreinforced particleboard", Industrial Crops and Products, 77, 940–948, (2015).
- [5] S.Liang, P.B.Gning, L.Guillaumat "Comportement en fatigue des composites enlin/epoxy" JNC 17-Poitiers (2011).
- [6] F.Bensadoum,K.A.M.Vallons,L.B.Lessard,I.Verpoest, A.W.VanVuure"Fatigue behaviourassessment of flaxepoxy composites", Composites Part A, 82, 253-266, (2016).
- [7] AssararM.,Zouari W.,Sabhi H.,Ayad R.and BerthelotJ.M. "Evaluation of the damping of hybrid carbon–flax reinforced composites" Composite Structures, 132, 148–154,(2015).
- [8] Assarar M.,Scida M, El Mahi.A, Poilâne C., Ayad R."Influence of water ageing on mechanical properties and damage events of two reinforcedcomposite materials:flax fibres and glass fibre" Materials and Design, Vol. 32, pp. 788-795, (2011).
- [9] Liu Q and Hughes M. "The fracture behaviour and toughness of woven flax fibre reinforced epoxy composites"CompositePart A, Vol. 39, pp. 1644-1652, (2008).
- [10] Gning PB., Liang S., Guillaumat L., Oui WJ. "Influence of process and test parameters on the mechanical properties of flax/epoxy composites using response surface methodology" Journal of Mat Sci. Vol. 46, pp. 6801-6811, (2011).

- [11] Papagiannopoulos G.-A. and Hatzigeorgiou G-D."On the use of the half-powerbandwidth method to estimate damping inbuilding structures" Soil Dynamics and Earthquake Engineering, 31, 1075– 1079,(2011).
- [12] IriondoJ., Aretxabaleta L.,andAizpuruA."Characterisation of the elastic and damping properties of traditional FML and FML based on a self-reinforced polypropylene" Composite Structures, 131, 47–54,(2015).
- [13] ElMahi A., Assarar .M, Sefrani.Y and Berthelot J.M"Damping analysis of orthotropic composite materials and laminates"Composites:PartB, 39,1069-1076 (2008).