

## **Journées Scientifiques et Techniques de l'AMAC**

# **Interfaces / interphases dans les matériaux composites et les assemblages collés**

### **Comité d'organisation**

S. VERRIER – [stephanie.verrier@ensam.eu](mailto:stephanie.verrier@ensam.eu)

H. RAMANITRA-GAJNY – [hasina.ramanitra@ensam.eu](mailto:hasina.ramanitra@ensam.eu)

J.-P. MARQUEZ COSTA – [juan-pablo.marquez\\_costa@ensam.eu](mailto:juan-pablo.marquez_costa@ensam.eu)

X. COLIN – [xavier.colin@ensam.eu](mailto:xavier.colin@ensam.eu)

Lundi 2 & Mardi 3 Février 2026 – ENSAM Paris

*Grand Amphi – 155 Boulevard de l'Hôpital – 75013 Paris*

# Table des matières

|                                                                                                                                                                                                                                    |          |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------|
| <b>Physico-chimie des interfaces</b>                                                                                                                                                                                               | <b>1</b> |
| <a href="#">CP1</a> - Interfaces & Interphases Fibre/Matrice : Une Approche Globale du Design à l'Echelle Moléculaire, Microcomposites aux Matériaux Composites Multi-Filamentaires, Gérard Jean-François [et al.] . . . . .       | 2        |
| <a href="#">O1</a> - Caractérisation multi-échelle de stratifiés en polymère et composite à matrice PEEK fabriqués par un procédé de dépose de bande par enroulement filamenteux, Restif Noé [et al.] . . . . .                    | 4        |
| <a href="#">O2</a> - Influence d'un traitement de surface sur des fibres de carbone recyclées sur les propriétés des fibres et de l'interface fibre/matrice, Largenton Flavie [et al.] . . . . .                                   | 6        |
| <a href="#">O3</a> - À la surface du problème : Rôle clé de l'ensimage dans les composites à fibres de basalte - approche multi-échelle pour la compréhension des interfaces fibre/matrice, Castro Cabrera Isis [et al.] . . . . . | 10       |
| <a href="#">O4</a> - Étude interfaciale de l'influence de l'humidité des fibres de lin dans la fabrication des composites à matrice liquide à nombre capillaire contrôlé, Jouenne Jean-Baptiste [et al.] . . . . .                 | 12       |
| <a href="#">O5</a> - Rôle de l'interface fibre/matrice dans la réponse dynamique de biocomposites renforcés par des fibres de lin, Miranda Campos Bernard [et al.] . . . . .                                                       | 14       |
| <a href="#">O6</a> - Rôle des interfaces polymère-charge dans l'évolution microstructurale et mécanique des élastomères silicones soumis à un vieillissement hydrothermal cyclique, Belec Lénaïk [et al.] . . . . .                | 16       |
| <a href="#">CP2</a> - Compréhension et caractérisation des interphases résultantes de l'interdiffusion des chaînes polymères, Duchet-Rumeau Jannick [et al.] . . . . .                                                             | 18       |
| <a href="#">O7</a> - Auto-adhésion entre deux films de polybutylène succinate, Peixinho Jorge [et al.] . . . . .                                                                                                                   | 19       |

|                                                                                                                                                                                                                  |           |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| O8 - Influence de la taille des microfibrilles dans l'adhérence d'un film de microfibrilles de cellulose laminé par voie humide sur papier et carton, Padilla Bello Nelly Vanessa [et al.] . . . . .             | 20        |
| <b>Préparation de surface avant collage</b>                                                                                                                                                                      | <b>22</b> |
| O9 - Compréhension des mécanismes d'interaction laser-matière lors de la préparation de surface des CFRP par laser UV, Reynis Julien [et al.] . . . . .                                                          | 23        |
| O10 - Amélioration de la résistance des joints hybrides DP600/PA6GF47 par structuration laser de surface et ajout de poudre PA6, Boukhadra Khaoula [et al.]                                                      | 25        |
| <b>Caractérisation mécanique des interfaces</b>                                                                                                                                                                  | <b>28</b> |
| O11 - Évaluation des tenues interlaminaires de composites thermoplastiques à l'aide d'ondes de choc générées par laser, Delalande Ronan [et al.] . . . . .                                                       | 29        |
| O12 - Analyse locale des interactions fibre/matrice dans un composite Cf/PEEK par corrélation d'images numériques, Tosti Umemura Milena [et al.] . . . . .                                                       | 31        |
| O13 - Caractérisation mécanique multi-échelle de l'interface fibre/matrice de composites renforcés de fibres végétales, Boutenel Florian [et al.] . . . . .                                                      | 33        |
| O14 - Caractérisation en mode II de l'interface adhésif/substrat dans les assemblages collés métal/composite, Demoulin Leyne [et al.] . . . . .                                                                  | 35        |
| CP3 - Caractérisation de l'adhérence métal-élastomère - Discussion sur la notion de Gc Cas des fils de renforts laiton pour pneumatique caractérisation au moyen du RCAIT, Corbel Pierre-Yves [et al.] . . . . . | 37        |
| O15 - Évolution de l'interface de rupture d'un composite CF/PPS réparé : étude expérimentale en mode I sous sollicitation quasi-statique et en fatigue., Conan Mathilde [et al.] . . . . .                       | 39        |
| <b>Vieillissement des interfaces</b>                                                                                                                                                                             | <b>41</b> |
| O16 - Evaluation de différentes conditions de vieillissement sur le comportement d'un assemblage collé métal-métal en mode II, Fawaz Arij [et al.] . . . . .                                                     | 42        |
| O17 - Mécanismes de diffusion d'eau dans les assemblages collés, Girard Marion [et al.]                                                                                                                          | 44        |
| O18 - Vieillissement à l'eau de biocomposites à base de poly(acide lactique) et de fibres de verre innovantes et son influence sur les mécanismes à l'interface fibre/matrice, Bergeret Anne [et al.] . . . . .  | 46        |

|                                                                                                                                                                                                                                 |           |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| O19 - Modélisation par éléments finis des gradients de thermo-oxydation dans les composites à matrice organique : rôle de l'interface fibre/matrice via une approche multi-échelle, Marquez Costa Juan Pablo [et al.] . . . . . | 48        |
| O20 - Pistes pour la caractérisation expérimentale de la ténacité d'une interface oxydée, Daghia Federica [et al.] . . . . .                                                                                                    | 50        |
| O21 - Étude du potentiel des assemblages composites collés pour les applications aéronautiques soumis à une flamme kérosène, Taurines Noémie [et al.] . . . . .                                                                 | 52        |
| <b>Dialogue essais-calculs</b>                                                                                                                                                                                                  | <b>55</b> |
| CP4 - De la caractérisation des interfaces en température à la modélisation de la tenue au feu des composites stratifiés, Huchette Cédric [et al.] . . . . .                                                                    | 56        |
| O22 - Démarche de caractérisation et de modélisation de la tenue d'une interface entre un composite à matrice céramique SiC/SiC et sa barrière environnementale, Vandellos Thomas . . . . .                                     | 58        |
| O23 - Essais de fragmentation : caractérisation et modélisation de l'interface fibre/matrice, Drouhet Quentin [et al.] . . . . .                                                                                                | 61        |
| O24 - Identification inverse des propriétés à rupture d'interfaces aluminium epoxy, Bidaud Pierre [et al.] . . . . .                                                                                                            | 65        |
| O25 - Identification inverse des propriétés à rupture des interfaces fibre-matrice dans un composite PEEK/CF, Girard Hugo [et al.] . . . . .                                                                                    | 68        |
| O26 - Investigation de la décohésion fibre/matrice d'un composite plastique en fonction de l'environnement de sollicitation, Bourgogne Quentin [et al.] . . . . .                                                               | 70        |
| O27 - Modélisation de l'endommagement dans les joints adhésifs par des modèles d'interface imparfaite, Raffa Maria Letizia . . . . .                                                                                            | 72        |
| O28 - Modélisation multi-échelle à champs complets intégrant les mécanismes de décohésion des interfaces fibre-matrice dans les composites thermoplastiques renforcés de fibres courtes, Praud Francis [et al.] . . . . .       | 74        |

# Physico-chimie des interfaces

## **Interfaces & Interphases Fibre/Matrice : Une Approche Globale du Design à l'Echelle Moléculaire, Microcomposites aux Matériaux Composites Multi-Filamentaires**

### ***Fiber/Matrix Interfaces and Interphases : Design at Molecular Scale, Microcomposites, and Multi-Fiber Based Composite Materials***

**Jean-François GERARD, Jannick DUCHET-RUMEAU**

UMR CNRS 5223 – Ingénierie des Matériaux Polymères

Université de Lyon – INSA Lyon

20, Avenue Albert Einstein – F69621 Villeurbanne Cedex (France)

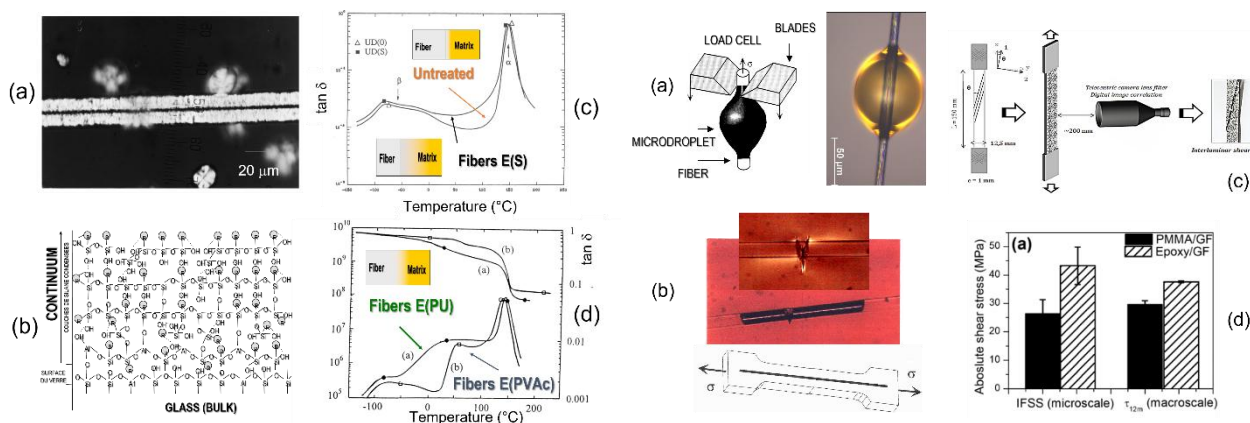
e-mail : [jean-francois.gerard@insa-lyon.fr](mailto:jean-francois.gerard@insa-lyon.fr) / [jannick.duchet@insa-lyon.fr](mailto:jannick.duchet@insa-lyon.fr)

Si le comportement des matériaux composites à base de fibres de renfort comme des fibres de carbone ou de verre sont dépendants de la nature et des propriétés des constituants principaux, la matrice polymère, thermoplastique ou thermodurcissable, et la fibre, l'interface ou plutôt les zones interfaciales, souvent dénommées 'interphases', jouent un rôle essentiel. Ce sont en effet à travers ces zones que sont transmises les contraintes mécaniques de la matrice à la fibre pour bénéficier de 'l'effet composite' mais ce sont aussi elles qui conditionnent la durabilité des matériaux composites puisque les phénomènes de diffusion (par exemple d'eau) et les mécanismes de vieillissement y sont prépondérants. Cette communication se propose de reprendre les travaux développés au laboratoire depuis de nombreuses années en montrant l'importance *i/* de revenir aux mécanismes chimiques et physico-chimiques, c'est-à-dire l'échelle moléculaire, qui y prennent place, *ii/* de prendre en compte des modèles à fibre unique (ou microcomposites) pour ne s'intéresser qu'à l'interface ou interphase elle-même avant *iii/* de considérer l'échelle de composites multi-filamentaires 'simples' comme des unidirectionnels sollicités dans des modes exacerbant la réponse des zones interfaciales.

Le concept d'interphase' a été largement introduit par L. Drzal [1] mais relativement peu de travaux rapportent des mises en évidence claires de l'existence de telles interphases. Dans le cas de matrices thermoplastiques semi-cristallines (TP) comme le polypropylène isotactique, des interphases transcristallines faites de lamelles cristallines générées depuis la surface des fibres ont pu être mises en évidence dans la cas de fibres de verre (cristallisation induite par un cisaillement proche de la surface lors du refroidissement) et plus difficilement de carbone (Fig. 1.a)[2]. Les mécanismes de cristallisation ont pu être étudiés lors d'expériences depuis le fondu sous rayonnement synchrotron. Dans le cas des matrices amorphes de type thermodurcissables (TS), nous avons pu mettre en évidence la présence d'interphases de différentes natures générées par la présence d'un ensimage toujours présent dans le cas de matériaux composites 'réels'. La chimie de ces ensimages, en particulier dans le cas des fibres de verre fait appel à des agents de couplage ou silanes réagissant avec la surface de la fibre et un 'agent collant', un oligomère ou polymère réactif ou non avec ces organosilanes. Des interphases de différentes natures ont ou ainsi être mises en évidence par spectrométrie mécanique dynamique sur composites UD sollicités en torsion pour augmenter la réponse des interfaces (Fig. 1.c et d). L'hydrolyse et la condensation des silanes ainsi que la réactivité ou non agents collants avec ces derniers peuvent générer des interphases hybrides organiques-inorganiques continues ou distinctes signées par leur relaxation principale  $\alpha$  sur les spectres DMS (Figure 1.b/c/d).

L'analyse des interfaces et/ou de la présence des interphases sur le transfert de contrainte fibre-matrice peut être effectuée sur des modèles simples monofilamentaires ou microcomposites permettant de s'affranchir de la superposition des champs de contraintes des fibres voisines. Suivant les propriétés des matrices et des fibres, différents modes ont pu être considérés : microgoutte, pull-out ou fibre enchassée et fragmentation (Fig. 2.a/b). Les méthodes de mise en œuvre de tels spécimens est décrite ainsi que les dispositifs de sollicitation qui peuvent eux-mêmes être associés à d'autres techniques d'indentification, comme par exemple le comptage acoustique des ruptures de la fibres en fragmentation. La représentativité de tels tests peut être discutée à la fois en termes de *i/* chimie ou physico-chimie de la matrice au regard de ce qu'elle est dans un composite 'réel' (histoire thermique conditionnant un état de cuisson, une morphologie, un état de contraintes internes) et *ii/* d'interprétation des données expérimentales [3]. Pour différents systèmes (TP ou TS) et différentes configurations, les différents modèles micromécaniques basés sur les contraintes et des approches énergétiques ont été déployés pour une analyse fine des mécanismes interfaciaux et accéder à des valeurs de résistance interfaciale pouvant être comparées aux comportements de composites multifilamentaires de type UD. Par exemple, de telles approches micromécaniques ont été ainsi déployées pour analyser le rôle de la composition d'ensimages de fibres de verre dans le cas de matrices époxy sur le vieillissement humide [4] ou de fibres de basalte dans une matrice TP (PPS) [5] ainsi que l'effet de l'introduction d'une capacité d'auto-cicatrisation par liaisons réversibles de l'interface avec des fibres de carbone [6].

Pour comprendre le rôle des interfaces et interphases sur le comportement des composites 'réels', des matériaux composites unidirectionnels peuvent être considérés et sollicités dans des modes qui exacerbent la réponse des interfaces comme le cisaillement interlaminaire et mieux encore une traction uniaxiale avec un angle de 10 à 15° (suivant la nature des fibres)(Fig. 2c)[5][7][8]. Des relations entre structure chimique-microstructure des interfaces fibre/matrice ou interphases et propriétés mécaniques des matériaux composites y compris après vieillissement ont pu être établies sur différents systèmes à base fibres de verre, de carbone ou de basalte et des matrices TP amorphes ou semi-cristallines (PP, PPS, PMMA, ...) ou TS (époxy, vinylester, ...) en considérant les comportements des interfaces sur micro et macro composites.



Figures 1&2. Interphase transcristalline générée à la surface d'une fibre de carbone HM et une matrice iPP (a); Interphase hybride O/I à la surface d'une fibre de verre E silanisée (b); Spectres viscoélastiques de composites UD matrice époxy avec fibres de verre non traitée et silanisée E(S)(c) et ensimée polyuréthane E(PU) et PVAc E(PVAc)(d)

Figure 2. Analyse micromécanique par déchaussement de microgoutte (a) et fragmentation (b) ; Test de traction uniaxiale hors axes (ici 15°)(c) et comparaison des résistances interfaciales obtenues sur microcomposite (IFSS microgoutte) et hors axes sur composites UD fibre de verre matrice PMMA ou époxy (d).

## Remerciements

Les auteurs remercient les différents chercheurs ayant participé à ces travaux : C. Ahlstrom, E. Assouline, J. Beguin, T. Benethuiliere, I. Castro-Cabrera, Q. Charlier, E. Devaux, J.F. Feller, B. Gaumont, L. Gonon, V. Lacrampe, F. Lortie, S. Livi, W. Zhang et P. Zinck

## Références

- [1] L. Drzal, «The role of the fiber-matrix interphase on composite properties», Vacuum, 41, 7–9, pp 1615-1618, 1990.
- [2] E. Assouline, S. Pohl, R. Fulchiron, J.F. Gérard, D. Wagner, « The kinetics of  $\alpha$  and  $\beta$  transcrystallization in aramid and carbon fibre-reinforced polypropylene », Polymer, 41, pp 7843-7856, 2000.
- [3] P. Zinck, L. Salmon, P. Olard, J.F. Gérard, « Are microcomposites realistic models of the fibre / matrix interface? Part I: Micromechanical modeling », Polymer, 42, pp 5401-5413, 2001 / « Part II : Physico-chemical approach », Polymer, 42, pp 6641-6650, 2001.
- [4] P. Zinck, J.F. Gérard, « Thermo-hydrolytic resistance of polyepoxide-glass fibres interfaces by the microbond test », Compos. Sci. Technol., 68(9), pp 2028-2033, 2008.
- [5] I. Castro-Cabrera, B. Gaumont, D. Cieslak, J.F. Gerard, S. Livi, J. Duchet-Rumeau, « Correlations between micro mechanical analyses and macro-scale mechanical properties of PPS/basalt fiber composites designed from commingled yarns », Polym. Testing, 150, 108894, 2025.
- [6] W. Zhang, J. Duchet-Rumeau, J.F. Gérard, « Self-healable interfaces based on thermo-reversible Diels-Alder reactions in carbon fiber-reinforced composites », J. Colloid Interface Sci., 430, pp 61-68, 2014.
- [7] Q. Charlier, F. Lortie, J.F. Gérard, « Interfacial adhesion in glass fiber thermoplastic composites obtained by radical polymerization of acrylic reactive systems, a multi-scale analysis », Intern. J. Adh. and Adhesives 98, 102536, 2020.
- [8] T. Benethuiliere, E. Dubost, C. Peyre, J. Duchet, J.F. Gérard, « Vinylester/glass fiber interface: Still a key component for designing new styrene-free SMC composite materials », Compos. Sci. & Technol., 190, 108037, 2020.

**Caractérisation multi-échelle de stratifiés en polymère et composite  
à matrice PEEK fabriqués par un procédé de dépose de bande par enroulement filamentaire**

***Multi-scale characterization of PEEK-based polymer and composite laminates processed through  
Laser-Assisted Tape Placement***

**Noé Restif<sup>1,2</sup>, Suzanne Laik<sup>1\*</sup>, Mael Péron<sup>2\*</sup>, Federica Daghia<sup>3</sup>, Frédéric Jacquemin<sup>2</sup>**

1 : CETIM,  
Technocampus Composites, Chemin du Chaffault,  
44340 Bouguenais, France  
e-mail : [suzanne.laik@cetim.fr](mailto:suzanne.laik@cetim.fr) et [noe.restif@cetim.fr](mailto:noe.restif@cetim.fr)

2 : Nantes Université, Ecole Centrale de Nantes, CNRS, GeM UMR CNRS 6183,  
F-44600 Saint-Nazaire, France  
e-mail : [mael.peron@univ-nantes.fr](mailto:mael.peron@univ-nantes.fr) et [frederic.jacquemin@univ-nantes.fr](mailto:frederic.jacquemin@univ-nantes.fr)

3 : LMPS - Laboratoire de Mécanique Paris-Saclay,  
Université Paris-Saclay, CentraleSupélec, ENS Paris-Saclay , CNRS  
91190, Gif-sur-Yvette, France  
e-mail : [federica.daghia@ens-paris-saclay.fr](mailto:federica.daghia@ens-paris-saclay.fr)

La technologie de placement de bandes composites thermoplastiques assistée par chauffe laser (LATP) est un des procédés permettant la réduction des temps de fabrication et ainsi des coûts de production des structures hautes performances en composites thermoplastiques (CTP), mais qui impliquent des temps de consolidation inférieurs à la seconde lors de la mise en œuvre. Afin d'évaluer l'effet de ces conditions de consolidation très spécifiques, il est donc nécessaire de s'intéresser aux phénomènes physiques possiblement très localisés impliqués lors de la fabrication par ce type de procédé, et qui peuvent potentiellement générer des gradients de propriétés [1]. Une des difficultés associées à la caractérisation des propriétés physico-chimiques de stratifiés consolidés par LATP relève du manque de techniques de caractérisation courantes adaptées à la résolution spatiale, bien que de récents travaux investiguent ces problématiques [2].

L'objectif de l'étude a donc consisté à identifier et quantifier les paramètres influençant les propriétés mécaniques et microstructurales du matériau, afin d'alimenter à terme une démarche d'optimisation du procédé qui pourra être couplée à une approche de simulation multi-physique du procédé [3]. Plusieurs techniques expérimentales permettant une caractérisation physico-chimique à l'échelle microscopique de composites PEEK/FC ont été investiguées dans cette optique. L'effet des propriétés physico-chimiques à l'échelle microscopique sur les propriétés mécaniques des stratifiés à l'échelle macroscopique a ensuite été étudié, par la mise en œuvre d'essais permettant de caractériser les propriétés d'adhésion inter-plis des stratifiés, appuyée par une démarche d'analyse fractographique adaptée.

Des méthodes de caractérisation physico-chimiques, et de prélèvement et préparation associées, ont ainsi été développées en premier lieu sur un matériau PEEK non renforcé, mis en œuvre par LATP. Ce matériau modèle a permis dans un premier temps de valider la pertinence des méthodologies développées tout en s'affranchissant de la difficulté que constitue la présence des fibres. La caractérisation s'est focalisée sur l'étude de la cristallinité à l'échelle des interphases. Des techniques telles que l'observation de coupes polies au microscope optique en lumière polarisée, au Microscope Electronique à Balayage après attaque chimique ou cryofracture, la DSC sur coupes microtomées, la microspectroscopie IRTF et la nano-indentation ont permis de mettre en évidence l'existence de zones alternées de plus faible et plus forte cristallinité, aux interphases soudées et au cœur des plis, respectivement (Fig. 1 et Fig. 2). Les analyses  $\mu$ IRTF se sont révélées particulièrement prometteuses et relativement simples en termes de mise en œuvre, avec l'obtention de cartographies sur les ratios de pics associés aux phases amorphes et cristallines. Une calibration du ratio de bandes avec le taux de cristallinité obtenu par DSC sur des échantillons recuits dans diverses conditions a permis de remonter aux gradients de cristallinité dans l'épaisseur de la pièce.

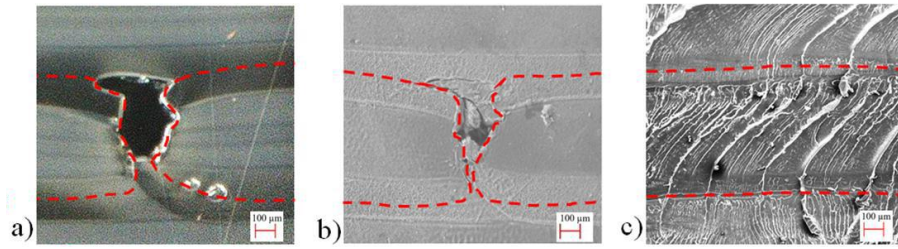


Fig. 1. Observation de coupes polies au MOLP (a), au MEB après attaque chimique (b) et cryofracture (c). Les pointillés rouges représentent les limites des plis.

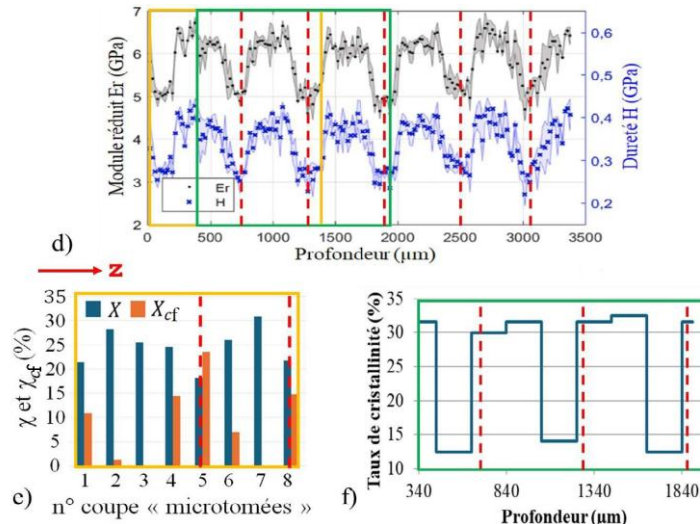


Fig. 2. Résultats des filiations en nanoindentation (d), et des taux de cristallinité locaux dérivés des DSC sur coupes microtome (e) et filiation par  $\mu$ IRTF. Les pointillés rouges représentent les limites des plis.

Des plaques stratifiées en PEEK/CF ont été produites au CETIM suivant différentes conditions de fabrication (température de consigne laser, chauffe du mandrin, et vitesse) afin de faire varier la qualité de la consolidation. Les méthodologies développées sur le matériau modèle ont été appliquées aux composites avec plus ou moins de succès, auxquelles se sont ajoutées d'autres analyses à une échelle intermédiaire : Analyse Mécanique Dynamique (DMA) sur sous-empilements, Diffraction aux Rayons X (DRX) à cœur et en surface des stratifiés. Une étude de la porosité a en outre été menée, en différenciant les vides localisés aux intra- et aux inter-plis. Des essais de cisaillement interlaminaire (ILSS) et de propagation de fissure en mode I par la méthode de Double Cantilever Beam (DCB) ont été réalisés, dont les résultats ont été mis en regard de la caractérisation physico-chimique réalisée. Une analyse fractographique basée sur des coupes transverses des éprouvettes ainsi que l'observation des faciès de rupture a permis d'avoir une analyse critique sur les liens entre les propriétés aux différentes échelles, en tenant compte de phénomènes influents tels que le pontage de fibres ou la qualité apparente de l'interface fibre-matrice, et la localisation des ruptures issues de l'essai ILSS.

Des corrélations ont pu être mises en évidence entre les propriétés mécaniques et le taux et localisation des porosités d'une part, et la cristallinité à l'échelle mésoscopique d'autre part, celle-ci influençant positivement les propriétés en cisaillement interlaminaire, mais négativement la ténacité des stratifiés produits.

## Références

- [1] A.M. El Bayssari, M. Péron, A. Barasinski, F. Jacquemin, F. Daghia, "A numerical and experimental identification of crystallinity gradients in carbon fiber reinforced thermoplastic composites obtained by laser assisted filament winding". Journal of Composite Materials, vol. 56 n°3, 2023.
- [2] S. Shafaq, M. J. Donough, A. L. Farnsworth, A. W. Phillips, G. Chirima, N. A. St John, B. Ben Arber, K. Murphy, G. Prusty, "On the ply-wise investigation of the crystalline morphology distribution of in-situ consolidated CF/PEEK composite using Wide-Angle X-ray scattering (WAXS)", Comp. Part A, Vol. 192, 2025.
- [3] C.M. Stokes-Griffin, , P. Compston, « A combined optical-thermal model for near-infrared laser heating of thermoplastic composites in an automated tape placement process », Comp. Part A, vol. 75, p. 104-115, 2015

## **Influence d'un traitement de surface sur des fibres de carbone recyclées sur les propriétés des fibres et de l'interface fibre/matrice**

### ***Influence of a new sizing on recycled carbon fibres on the fibres mechanical and chemical properties***

**Flavie Largenton<sup>1,2</sup>, Monica Francesca Pucci<sup>3</sup>, Pierre-Jacques Liotier<sup>4</sup>, Christophe Cruanes<sup>1</sup>  
Olivier Mantaux<sup>5</sup>, Laurent Guillaumat<sup>1</sup>, Sébastien Guérout<sup>2</sup>**

1 : Laboratoire Angevin de Mécanique, Procédés et innovAtion (LAMPA)  
Arts et Métiers - ENSAM

2 boulevard du Ronceray, 49035 Angers, Cedex 01  
e-mail : [flavie.largenton@ensam.eu](mailto:flavie.largenton@ensam.eu) et [christophe.cruanes@ensam.eu](mailto:christophe.cruanes@ensam.eu) et [laurent.guillaumat@ensam.eu](mailto:laurent.guillaumat@ensam.eu)

2 : IRT Jules Verne,  
1 Mail des 20 000 Lieues, 44340, Bouguenais  
e-mail : [flavie.largenton@irt-jules-verne.fr](mailto:flavie.largenton@irt-jules-verne.fr) et [sebastien.guerout@irt-jules-verne.fr](mailto:sebastien.guerout@irt-jules-verne.fr)

3 : LMGC, IMT Mines Alès,  
Univ Montpellier, CNRS, Alès, France  
e-mail : [monica.pucci@mines-ales.fr](mailto:monica.pucci@mines-ales.fr)

4 : Polymers Composites and Hybrids (PCH),  
IMT Mines Alès, Alès, France  
e-mail : [pierre-jacques.liotier@mines-ales.fr](mailto:pierre-jacques.liotier@mines-ales.fr)

5 : Institut de Mécanique et d'Ingénierie (I2M),  
UMR CNRS 5295, IUT de Bordeaux,  
15 Rue Naudet, Gradignan, 33175, Cedex, France  
e-mail : [olivier.mantaux@u-bordeaux.fr](mailto:olivier.mantaux@u-bordeaux.fr)

Bien que les Polymères Renforcés en Fibres de Carbone (CFRP) semblent être une solution adéquate pour répondre aux défis technologiques actuels, ils soulèvent également différentes problématiques environnementales. L'augmentation de la demande en CFRP depuis plusieurs années, engendre inévitablement une augmentation de la quantité de déchets [1]. Aujourd'hui, il n'existe aucune filière de recyclage complète dédiée à la prise en charge des fibres de carbone. Les CFRP sont essentiellement incinérés ou enfouis [2]. Il existe quelques entreprises qui mettent en avant le réemploi (remise en service ou revente) et la réutilisation (matériaux issus de pièces en fin de vie) afin de pallier la destruction et à l'enfouissement des composites mais cela reste insuffisant devant la quantité massive de déchets produits. En parallèle de la création de filières de réemploi et de réutilisation, il est nécessaire d'améliorer le recyclage des composites afin d'éviter la destruction de ces matériaux car les coûts financier et énergétique liés à la fabrication des fibres de carbone neuves sont plus importants que ceux des fibres recyclées [3]. Ces dernières années, différentes études menées sur le recyclage montrent qu'il est envisageable d'extraire les fibres de carbone de déchets composites en conservant des propriétés proches de celles des fibres neuves avec un coût attractif du point de vue industriel [4][5]. Ces travaux mettent également en lumière de nouveaux problèmes pouvant expliquer des baisses de performances des composites de deuxième génération. En effet, des analyses de la surface des fibres extraites par vapo-thermolyse démontrent l'absence d'ensimage/traitement de surface sur les fibres extraites, ce dernier est dégradé avec la matrice [6][7]. Or, l'adhérence fibre/matrice joue un rôle capital pour les propriétés mécaniques des composites. En effet, il existe un écart notable entre les performances mécaniques obtenues par calcul et celles obtenues de manière expérimentale pouvant, entre autres, être attribué à l'interface liant les fibres à la matrice [8]. Si l'adhésion entre la fibre et la matrice est trop faible, le transfert de charge vers la matrice est moins performant et le composite ne profite pas ou peu du renforcement apporté par les fibres. A l'inverse, lorsque l'interface est trop résistante, le composite présente un comportement fragile et une plus forte sensibilité à la fissuration. Il apparaît donc indispensable d'améliorer l'adhérence fibre/matrice en travaillant sur la chimie de surface des fibres de carbone extraites dans le but d'obtenir des composites à base de fibres recyclées plus performants. Cette étude a pour objectif de mettre en évidence l'apport d'un nouveau traitement de surface sur des fibres recyclées aux propriétés d'adhésion et d'adhérence interfaciale, et plus généralement aux propriétés mécaniques du composite. Pour cela, la démarche adoptée dans le cadre de ce travail tend à vérifier successivement : (1) que les traitements thermique et chimique ont été correctement réalisés, puis, (2) que le traitement chimique a un apport bénéfique sur les propriétés de surface des fibres et d'interface fibre/matrice par rapport aux fibres vierges et aux fibres recyclées.

Les fibres utilisées dans le cadre de ce travail sont des fibres de carbone T700SC de chez Toray. Afin de simuler le recyclage des fibres un traitement thermique est appliqué sur des fibres vierges pour retirer l'ensimage présent à la surface des fibres. Ces nouvelles fibres, dites "analogues", ont été soumises à une pyrolyse sous air de 10 minutes à 500°C. Par la suite, un traitement chimique à base de silane est appliqué sur des fibres analogues pour remplacer le traitement initial. Ces traitements améliorent l'adhérence des fibres avec les époxy. Les tests d'adhérence sont réalisés avec la résine Sicomin® Infugreen810. Pour plus de clarté, dans la suite de ce document, les fibres vierges sont notées FV, les fibres analogues à des fibres recyclées sont notées FA, tandis que les fibres re-traitées chimiquement apparaîtront comme FAT1.

Dans un premier temps, des analyses thermogravimétriques (ATG) et des images MEB ont été réalisées pour valider la qualité des traitements thermique et chimique. Les ensimages industriels visant à favoriser l'adhérence carbone/époxy sont réalisés à base de composants se dégradant généralement autour de 320°C [9], tandis que les fibres de carbone se dégradent autour de 500°C sous air [10]. Des analyses ATG, sur une plage de température de 30 à 500°C, ont permis de déterminer le pourcentage massique de traitement à la surface des fibres. Les fibres vierges (FV) présentent une perte de masse de l'ordre de 0,8% à 400°C. Cette valeur est cohérente avec les données du fournisseur annonçant 1% d'ensimage par rapport à la masse des fibres. Les fibres pyrolysées présentent une perte de masse inférieure à 0,05%. Au vu de la précision de mesure, la dégradation avant 400°C est négligeable. Les images réalisées au MEB tendent à confirmer ce constat. Les fibres analogues ne présentent pas de tâches caractéristiques de l'ensimage contrairement aux fibres vierges [11]. L'ensimage initialement présent à la surface des fibres vierges (FV) a bien été dégradé par le traitement thermique appliqué aux fibres analogues (FA). Le nouveau traitement de surface a été appliqué dans de bonnes conditions sans résidus du traitement initial.

Les analyses thermogravimétriques des fibres FAT1 montrent une perte de masse de 0,6% à 400°C. Le traitement a été appliqué dans des proportions correctes, proches de ce qui existe dans l'industrie. La rugosité de surface des fibres traitées paraît plus importante que celle des fibres analogues sur les images MEB réalisées. Le traitement chimique semble prometteur.

Des essais de tensiométrie et de résistance au cisaillement interfaciale ont été réalisés pour rendre compte de l'adhérence fibre/époxy des différents types de fibres présentés dans cette étude. L'évolution de l'énergie de surface des fibres peut être un bon indicateur du potentiel d'adhésion fibre/matrice [12][13]. Les fibres vierges présentent une tension de surface de  $48,2 \pm 7,1$  mN/m (Figure 1). Ces données sont cohérentes avec la littérature [11][13][14]. L'énergie de surface des fibres analogues (FA) est 25% plus importante que pour les fibres vierges. Ceci est dû à l'augmentation significative de la composante polaire de 24,8 mN/m à 36,0 mN/m. Dans leurs travaux respectifs, Jeantet et Dai [11][14], observent une diminution du coefficient polaire une fois les fibres désensimées. Cette variation est justifiée par la baisse du nombre de groupes fonctionnels réactifs (hydroxyle, carboxyle, carbonyle...) apportés par le traitement de surface. Il semblerait que l'ensimage initialement présent sur les fibres vierges ne soit pas propice à l'adhérence fibre/matrice mais serve plutôt à améliorer la maniabilité des fibres pour une application de tissage. Une analyse des éléments et des fonctions chimiques présents à la surface des différents types de fibres devrait apporter des informations pour conclure sur ces hypothèses. La fibre traitée FAT1, quant à elle, a une énergie de surface équivalente à celle de la fibre vierge mais avec des composantes relativement différentes. La composante polaire des fibres FAT1 est 11% plus importante que celle des fibres vierges et la composante dispersive est 16% plus faible.

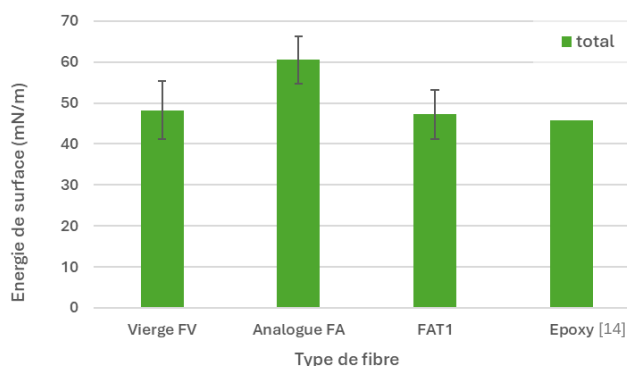


Figure 1 : Energie de surface en fonction du matériau

Afin d'évaluer le potentiel d'adhésion  $W_A$  des fibres avec une résine sélectionnée, des critères sont proposés dans la littérature. Plus  $W_A$  est grand et plus l'adhérence avec la matrice sera importante. Deux critères sont étudiés, le premier est issu de l'approche OWRK [15], Eq. 1, et le deuxième de l'approche de Wu [16], Eq. 2. Ces deux équations prennent en compte les composantes dispersive et polaire du solide mais également celles de la résine ciblée dans le calcul de  $W_A$ .

$$W_A = 2 \times \left[ \sqrt{\gamma_S^d \cdot \gamma_L^d} + \sqrt{\gamma_S^p \cdot \gamma_L^p} \right] \quad (\text{Eq. 1})$$

$$W_A = 4 \times \left( \frac{\gamma_S^d \cdot \gamma_L^d}{\gamma_S^d + \gamma_L^d} + \frac{\gamma_S^p \cdot \gamma_L^p}{\gamma_S^p + \gamma_L^p} \right) \quad (\text{Eq. 2})$$

Dans les deux cas, les fibres analogues ressortent avec le meilleur potentiel d'adhésion avec une résine époxy, suivies des fibres vierges et enfin des fibres FAT1, 10% moins prometteuses que les fibres analogues. Ceci s'explique par le rôle important de la composante dispersive dans le calcul du travail d'adhésion avec la résine époxy.

Pourtant, la fibre FAT1 est celle qui présente la meilleure résistance au cisaillement interfaciale (InterFacial Shear Stress en anglais, IFSS), d'après les essais de déchaussement de microgouttes. En effet, Les fibres re-traitées présentent un IFSS moyen 85% supérieur à celui des fibres vierges et plus de 50% supérieur à celui des fibres analogues (Figure 2). Les résultats d'IFSS diffèrent par rapport au potentiel d'adhésion mis en avant lors des essais de tensiométrie. L'adhérence est un phénomène complexe dépendant de plusieurs paramètres et pas uniquement par la chimie de surface des fibres. La rugosité de surface joue un rôle non négligeable dans la qualité de l'adhérence fibre/matrice comme mis en avant dans les travaux de Doineau et al. et Terraube et al. [17][18]. Des analyses de rugosité de surface des fibres par AFM sont envisagées pour apporter plus d'éclairage aux phénomènes étudiés.

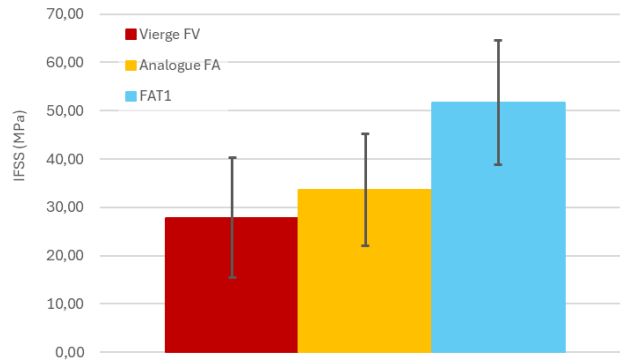


Figure 2 : IFSS en fonction du type de fibre

Les essais réalisés ont permis de valider les conditions de traitements thermique et chimique. Le traitement chimique appliqué sur les fibres analogues à des fibres issues de recyclage permet d'améliorer l'adhérence fibre/matrice avec une résine époxy. Toutefois, des essais supplémentaires doivent encore être conduits afin de mieux comprendre le lien entre la mouillabilité, la rugosité de surface et la résistance au cisaillement interfaciale résultante. De la même manière, l'analyse des éléments et des fonctions chimiques à la surface des fibres permettra de statuer sur la qualité et la fonction de l'ensimage initialement présent sur les fibres vierges. Des analyses XPS et AFM sont donc en préparation pour répondre à ces questions.

Cette discussion met en avant la complexité des essais à l'échelle des fibres. Il est souvent nécessaire de mener plusieurs essais pour interpréter les différents mécanismes à l'œuvre à cette échelle. Il serait intéressant de mener cette étude plus loin, notamment en étudiant l'influence du nouveau traitement de surface à une échelle plus grande. Une amélioration des propriétés mécaniques à l'échelle du composite rendrait le recyclage des fibres de carbone plus attractif pour les années à venir. Avec cet objectif en tête, des éprouvettes composites seront réalisées à partir des différents types de fibres proposés dans cette étude et seront testées mécaniquement.

## Remerciements

Les remerciements vont à l'IRT Jules Verne, pour le financement de ces travaux et à l'IMT Mines Alès qui a permis cette collaboration scientifique. Les auteurs souhaitent remercier Loïc DUMAZERT, Rami ALAWAR, Louis JEANTET de l'IMT Mines Alès, Quentin HATTE de l'ENSAM et Achraf BELKHIRI de l'IRT Jules Verne pour leurs conseils dans l'utilisation des divers moyens d'essais présentés dans cette étude.

## Références

- [1] A. Lefeuvre, S. Garnier, L. Jacquemin, B. Pillain, et G. Sonnemann, « Anticipating in-use stocks of carbon fiber reinforced polymers and related waste flows generated by the commercial aeronautical sector until 2050 », *Resources, Conservation and Recycling*, vol. 125, p. 264-272, 2017, doi: <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2017.06.023>.
- [2] Baptiste Pillain. Définition des indicateurs clés de performance et évaluation multicritère de filières durables de recyclage des polymères renforcés de fibres de carbone issus de l'industrie aéronautique. Chimie-Physique [physics. chem-ph]. Université de Bordeaux, 2017. Français. NNT : 2017BORD0630. tel-01610097
- [3] Guide du recyclage et de l'écoconception des composites, ADEME, mai 2022
- [4] Pauline Fontaine. Traitement thermique de recyclage appliqué aux composites carbone/PEEK et aux mélanges de composites renforcés carbone. Solutions alternatives de valorisation des fibres recyclées. Génie des procédés. Ecole des Mines d'Albi-Carmaux ; Universidade federal de São Carlos, Français. ffNNT : 2020EMAC0015ff. fftel-03267709f, 2020.
- [5] Nicolas Mistou. Recyclage à faible impact environnemental de fibres de carbone continues, issues de composites structuraux époxy/nappes de carbone. Chimie. Toulouse 3 Paul Sabatier, 2023. Français. ffNNT : ff. fftel-04300167
- [6] Andréa Oliveira Nunes. Composites renforcés à fibres de carbone : récupération des fibres par vapo-thermolyse, optimisation du procédé. Génie des procédés. Ecole des Mines d'Albi-Carmaux, 2015. Français. NNT : 2015EMAC0006. tel-02003515.
- [7] Maxime BOULANGHIEN, Formulations de composites thermoplastiques à partir de fibres de carbone recyclées par vapo-thermolyse, Université de Toulouse, Ecole national supérieur des Mines d'Albi-Carmaux, 28 novembre 2014
- [8] Hao Zheng, Wenjian Zhang, Bowen Li, Junjie Zhu, Chaochang Wang, Guojun Song, Guangshun Wu, Xiaoping Yang, Yudong Huang, Lichun Ma, Recent advances of interphases in carbon fiber-reinforced polymer composites : A review, *Composite Part B : Engineering*, volume 233, 109639, 15 mars 2022.
- [9] Gosau JM, Tyler FW, Allred RE. Carbon fiber reclamation from state-of-art 2nd generation aircraft composites. In: *Proceedings of the international SAMPE symposium and exhibition (ISSE 2009)*, May 18–21, 2009, Baltimore, MD, USA
- [10] T.R. Abdou, A.B. Botelho Junior, D.C.R. Espinosa, J.A.S. Tenório ; Recycling of polymeric composites from industrial waste by pyrolysis : Deep evaluation for carbon fibers reuse ; *Waste management* ; volume 120 ; pages 1-9 ; 1 february 2021.
- [11] Louis Jeantet, Arnaud Regazzi, Didier Perrin, Monica Francesca Pucci, Stéphane Corn, Jean-Christophe Quantin, Patrick Ienny ; Recycled carbon fiber potential for reuse in carbon fiber/PA6 ; *composite part B*, 269, 111100, 2024
- [12] Monica Francesca Pucci, Pierre-Jacques Liotier, Sylvain Drapier, Tensiometric method to reliably assess wetting properties of single fibers with resins: Validation on cellulosic reinforcements for composites, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, Volume 512, 2017, Pages 26-33, ISSN 0927-7757, <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2016.09.047>.
- [13] William Garat, Monica Francesca Pucci, Romain Leger, Quentin Govignon, Florentin Berthet, Didier Perrin, Patrick Ienny, Pierre-Jacques Liotier, Surface energy determination of fibres for Liquid Composite Moulding processes: Method to estimate equilibrium contact angles from static and quasi-static data, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 611, November 2020, <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2020.125787>
- [14] Dai Z, Shi F, Zhang B, Li M, Zhang Z. Effect of sizing on carbon fiber surface properties and fibers/epoxy interfacial adhesion. *Applied Surface Science*. 2011;257:6980-6985
- [15] Owens, D. K., & Wendt, R. C, Estimation of the surface free energy of polymers. *Journal of Applied Polymer Science*, 13(8), 1741–1747, 1969.
- [16] Wu, S; Calculation of interfacial tension in polymer systems. *Journal of Polymer Science Part C Polymer Symposia*, 34(1), 19–30, 1971.
- [17] Estelle Doineau, Guillaume Coqueugniot, Monica Francesca Pucci, Anne-Sophie Caro, Bernard Cathala, Jean-Charles Bénézet, Julien Bras, Nicolas Le Moigne, Hierarchical thermoplastic biocomposites reinforced with flax fibres modified by xyloglucan and cellulose nanocrystals, *Carbohydrate Polymers* 254 (2021) 117403.
- [18] Olivier Téraube, Jean-Charles Agopian, Monica Francesca Pucci, Pierre-Jacques Liotier, Pierre Conchon, Eric Badel, Samar Hajjar-Garreau, Honorine Leleu, Jean-Baptiste Baylac, Nicolas Batisse, Karine Charlet, Marc Dubois; Optimization of interfacial adhesion and mechanical performance of flax fiber-based eco-composites through fiber fluorination treatment; *Composites Part B* 296 (2025) 112228; 2025.

## À la surface du problème : Rôle clé de l'ensimage dans les composites à fibres de basalte - approche multi-échelle pour la compréhension des interfaces fibre/matrice

### *On the surface of the problem: Key role of sizing in basalt fiber composites - multiscale approach to understanding fiber/matrix interfaces*

Castro-Cabrera Isis<sup>1</sup>, Baptiste Gaumond<sup>1</sup>, Jean-François Gérard<sup>1</sup>, Sébastien Livi<sup>1</sup>, Jannick Rumeau-Duchet<sup>1</sup>

1 : Laboratoire Ingénierie Matériaux Polymère  
INSA-Lyon

17 Av. Jean Capelle, Bât. Jules Verne F-69621 Cédex, France

e-mail : isis.castro-cabrera@insa-lyon.fr et jannick.rumeau@insa-lyon.fr

Dans les composites à matrice polymère renforcés par des fibres, la performance globale dépend étroitement de la qualité de l'interface fibre/matrice, véritable maillon faible du système<sup>1</sup>. Pour les fibres de basalte, renforts d'intérêt croissant en raison de leur compromis entre propriétés mécaniques, durabilité et coût, cette interface est principalement gouvernée par l'ensimage<sup>2</sup>. Ce revêtement fin est constitué d'un agent filmogène polymérique ou oligomérique, associé à des agents couplant, le plus souvent des organosilanes. Cette couche assure la protection des fibres, modifie leur chimie de surface et conditionne leur compatibilité avec la matrice<sup>3</sup>.

Dans ces travaux, une approche multi échelle a été mise en œuvre afin d'établir les liens entre la composition chimique, la morphologie de surface, le comportement micromécanique et l'adhérence, dans le but de mieux appréhender les phénomènes interfaciaux, notoirement difficiles à isoler et à quantifier. Des caractérisations surfaciques (XPS, TGA) ont permis de révéler des différences marquées en termes de : *i*) fonctions réactives ou non réactives, *ii*) leur stabilité thermique et *iii*) la quantité adsorbée à la surface selon la nature de l'agent filmogène. En appliquant le modèle de *couche irrégulière* de Thomason et Dwight à partir de ses caractérisations, il a été possible d'estimer l'épaisseur moyenne de l'ensimage et le taux de couverture des fibres de basalte<sup>4,5</sup>. Les analyses morphologiques réalisées par MEB-EDX confirment les résultats du modèle de couche irrégulière : l'ensimage n'est pas réparti uniformément sur la surface. En effet, les résultats suggèrent fortement comment le type d'ensimage influence directement la distribution et la morphologie du revêtement qui pourra avoir des incidences sur la microstructure de la fibre et la taille de la structuration de l'interface.

Si l'ensimage joue un rôle clé dans la création d'une interface, il assume également une fonction protectrice. Des essais micromécaniques sur des fibres individuelles ont permis d'évaluer la résistance des ensimages face aux conditions environnementales et aux procédés industriels. L'analyse statistique de Weibull à cinq paramètres a été appliquée aux fibres, permettant de quantifier la distribution et la sévérité des défauts induits par l'humidité ou par le commelage<sup>6</sup>. Des différences significatives ont été observées entre les ensimages réactifs et non réactifs, traduisant une meilleure fiabilité mécanique ou une capacité de guérison accrue sous vieillissement hygrothermique.

Le caractère adhésif de l'interface, issu des différents ensimages, réactifs ou non réactifs, a été évalué selon deux approches complémentaires : les essais de pull-out et la mesure de la mouillabilité. L'analyse a été faite sur une matrice polymère d'intérêt telle que le polyphénylène sulfure (PPS)<sup>7</sup>. Cette confrontation a permis de relier les notions d'adhésion pratique et d'adhésion thermodynamique, mettant en évidence la complémentarité entre mouillabilité, réactivité chimique et compatibilité interfaciale. Au-delà de la résistance au cisaillement interfaciale (IFSS), qui ne capture que partiellement la complexité de l'adhésion interfaciale, les modèles de Greszczuk (cisaillement contrôlé) et de Penn et Lee (approche énergétique) ont été appliqués afin de mieux comprendre le transfert de contrainte de la matrice vers la fibre et la dissipation d'énergie avant la rupture de l'interphase. Enfin, la comparaison avec les essais de résistance au cisaillement inter laminaire (ILSS) à l'échelle macroscopique montre que les tendances observées à l'échelle microscopique sont effectivement représentatives du comportement global du composite<sup>8</sup>.

Ces travaux soulignent la nécessité d'une approche intégrée, combinant caractérisations physico-chimiques, analyses statistiques et essais mécaniques multi-échelles, afin de décrire de manière prédictive l'évolution et le rôle fonctionnel de l'interphase Figure 1.

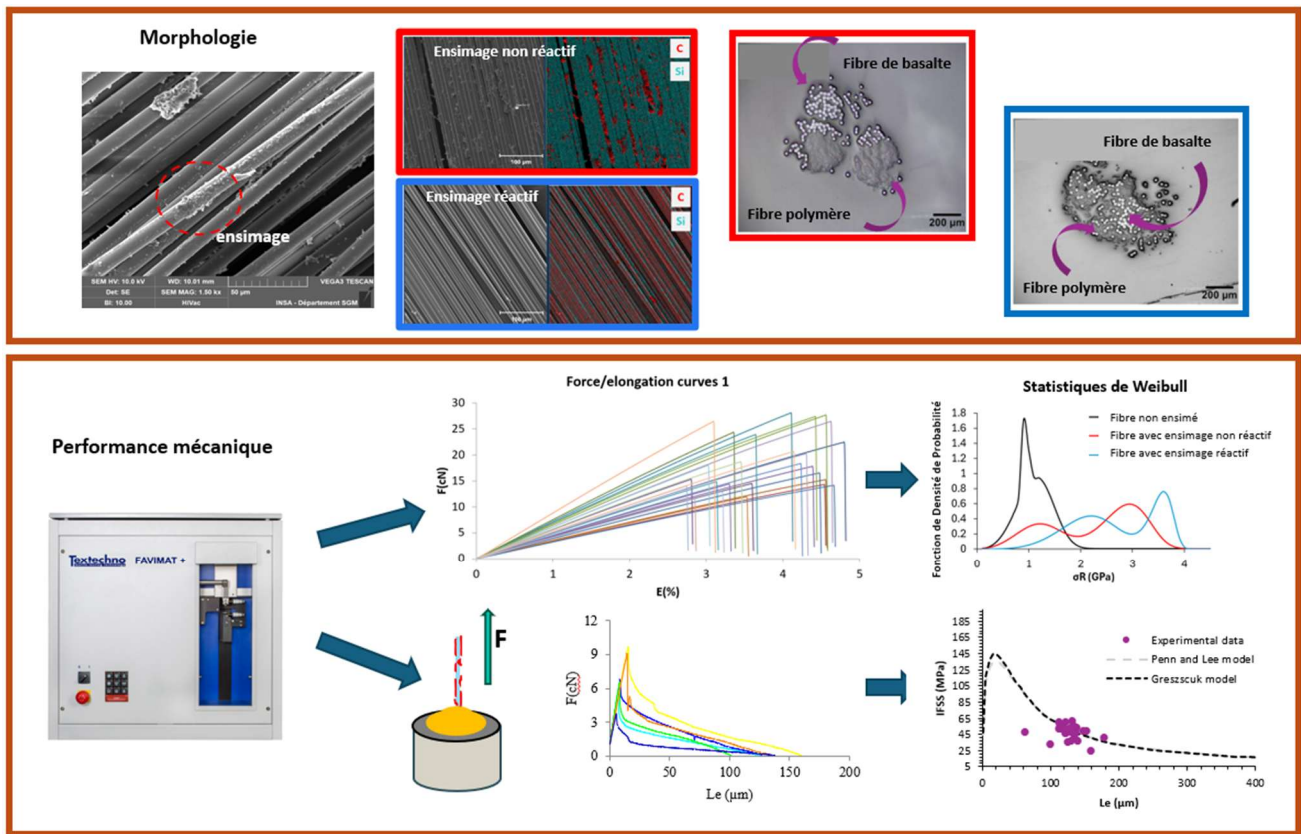


Figure 1. Eventail de caractérisations physico-chimiques, morphologiques et micromécaniques pour la compréhension des interfaces fibre/matrice, dont les évolutions microstructurales gouvernent l'adhésion et la performance des composites à fibres de basalte.

De façon plus large, ces résultats démontrent qu'aucune formulation d'ensimage ne peut convenir universellement à toutes les applications. Ils encouragent plutôt une approche "surface clé", consistant à concevoir les composites renforcés de fibres de basalte à partir de la maîtrise des architectures de surface et d'interphase.

## Références

- Herrera-Franco, P. J. & Drzal, L. T. Comparison of methods for the measurement of fibre/matrix adhesion in composites. *Composites* **23**, 2–27 (1992).
- Ralph, C., Lemoine, P., Archer, E. & McIlhagger, A. Mechanical properties of short basalt fibre reinforced polypropylene and the effect of fibre sizing on adhesion. *Composites Part B: Engineering* **176**, 107260 (2019).
- Thomason, J. *Glass Fibre Sizings : A Review of the Scientific Literature*. (Create Space Independent Publishing Platform, 2012).
- Thomason, J. L. & Dwight, D. W. XPS analysis of the coverage and composition of coatings on glass fibres. *Journal of Adhesion Science and Technology* **14**, 745–764 (2000).
- Castro-Cabrera, I. *et al.* Methodical approach to interface design: Role of sizing in the micro-mechanical performance and durability of basalt fibers-based composites. *Materialia* **42**, 102467 (2025).
- Zinck, P. Sample size dependence of flaw distributions for the prediction of brittle solids strength using additive Weibull bimodal distributions. *Engineering Fracture Mechanics* **78**, 1323–1327 (2011).
- Gaumond, B. Compréhension des interfaces / interphases formées dans les composites PPS / fibres de carbone et PPS / fibres de basalte réalisés à partir de mèches coméleées et retordues.
- Castro-Cabrera, I. *et al.* Correlations between micro mechanical analyses and macro-scale mechanical properties of PPS/basalt fiber composites designed from commingled yarns. *Polymer Testing* **150**, 108894 (2025).

## Étude interfaciale de l'influence de l'humidité des fibres de lin dans la fabrication des composites à matrice liquide à nombre capillaire contrôlé

### *Interfacial study of flax fiber moisture influence in liquid composite molding at controlled capillary number*

Jean-Baptiste Jouenne<sup>1</sup>, Bernard Miranda Campos<sup>2</sup>, Patricia Jouanot-Chesney<sup>2</sup> and Joël Bréard<sup>1</sup>

<sup>1</sup>ABTE, UR 4651 Université de Caen Normandie,  
Bd Maréchal Juin, 14032 Caen, France  
Email: jean-baptiste.jouenne@unicaen.fr

<sup>2</sup>Laboratoire CRISMAT,  
Normandie Université, ENSICAEN, UNICAEN, CNRS,  
Bd Maréchal Juin, 14050 Caen, France

Les composites renforcés de fibres de lin demeurent au centre des recherches sur le développement des matériaux à faible impact environnemental [1]. Cependant, leur mise en œuvre reste complexe, principalement en raison du caractère hydrophile des fibres naturelles. Sur le plan industriel, les fabricants de composites ont tendance à sécher les fibres, cependant, nous pensons que cette étape n'est pas nécessaire et qu'il est préférable de maîtriser la teneur en eau pour préserver l'intégrité physico-chimique des renforts.

Dans ce travail, nous proposons d'étudier l'influence de la teneur en eau des fibres naturelles sur le comportement interfacial de la résine lors de l'imprégnation d'un milieu poreux. L'un des procédés les plus utilisés pour la fabrication de composites est le moulage par transfert de résine, tel que l'infusion assistée par le vide (VARI) [2]. Dans ce type de procédé, la résine est entraînée à travers la préforme par la différence de pression entre l'entrée et la sortie du moule. La principale difficulté de cette méthode de fabrication réside dans le fait que la vitesse d'écoulement de la résine n'est pas constante le long de la pièce, ce qui engendre des variations de microstructure et des défauts dans les propriétés mécaniques.

Nous avons récemment développé un procédé *low-tech* permettant d'imprégner une préforme à nombre capillaire contrôlé et à débit constant. Grâce à cette approche, nous avons étudié l'influence de la teneur en eau de la préforme de lin sur l'imprégnation, en mesurant son impact sur la vitesse d'écoulement de la résine, la variation de la pression de résine dans la préforme, ainsi que sur la tension de surface et les angles de contact dynamiques.

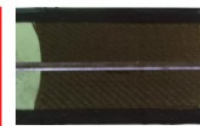
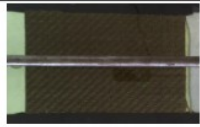
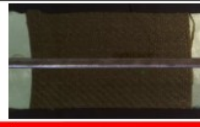
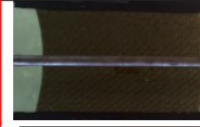
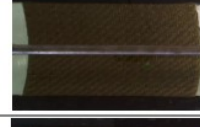
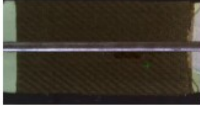
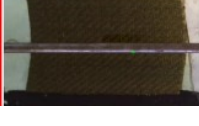
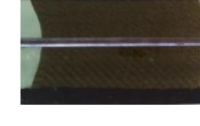
| $Ca_{target}$ (debit)            | $1,00 \cdot 10^{-3}$ (3 mL/min)                                                     | $7,68 \cdot 10^{-3}$ (22,5 mL/min)                                                  | $2,00 \cdot 10^{-2}$ (54 mL/min)                                                     | $2,75 \cdot 10^{-2}$ (81 mL/min)                                                      |
|----------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------|
| 0 %wt<br>(drying<br>103°C → 24h) |  |  |  |  |
| 7%wt<br>(HR50%)                  |  |  |  |  |
| 10 %wt<br>(HR70%)                |  |  |  |  |
| 16 %wt<br>(HR90%)                |  |  |  |  |

Fig. 1: Fenêtre de processabilité : nombre capillaire VS teneur en eau

Les premiers résultats ont mis en évidence qu'un glissement se produit dans les préformes à forte teneur en eau, et que ce phénomène s'intensifie avec l'augmentation du nombre capillaire, c'est-à-dire à plus fort débit d'imprégnation. Ainsi, les

nombreuses imprégnations réalisées à différents nombres capillaires et différentes teneurs en eau ont permis de mettre en évidence l'existence d'une fenêtre de processabilité (à gauche du trait rouge sur la figure 1). Au sens physique, ce glissement de la préforme est dû au fait qu'elle ne résiste pas à la pression appliquée par la résine lors de l'imprégnation. Elle possède une contrainte limite transposable aux travaux de Terzaghi nommée la contrainte effective. Il s'agit de la contrainte que peut réellement supporter le squelette fibreux de la préforme considérée comme une limite à ne pas franchir avant que le phénomène de glissement ne se produise [3]. Les travaux menés ont permis de définir pour chaque couple « teneur en eau / nombre capillaire (débit) » la contrainte effective de la préforme. Cette contrainte a tendance à diminuer avec la teneur en eau des fibres. Quand la teneur en eau de la préforme est élevée, les fibres gonflent [4]. Ce gonflement réduit la taille des micropores et des macropores et réduit ainsi la perméabilité de la préforme, entraînant une diminution de la contrainte effective. Quand on augmente le débit imposé on augmente naturellement la pression de fluide ce qui réduit la contrainte effective. Toutefois, on peut noter que la teneur en eau de la préforme a plus d'impact que l'augmentation du débit.

En parallèle, des mesures en DMA ont également été réalisées sur les plaques fabriquées et permettent de mettre en avant les propriétés interfaciales obtenues pour chaque couple de paramètres (teneur en eau et Ca). Les résultats obtenus permettent de démontrer que le séchage des fibres avant mise en forme n'est pas nécessaire et qu'il est possible d'obtenir des composites aux propriétés mécaniques finales satisfaisantes avec une teneur en eau maîtrisée.

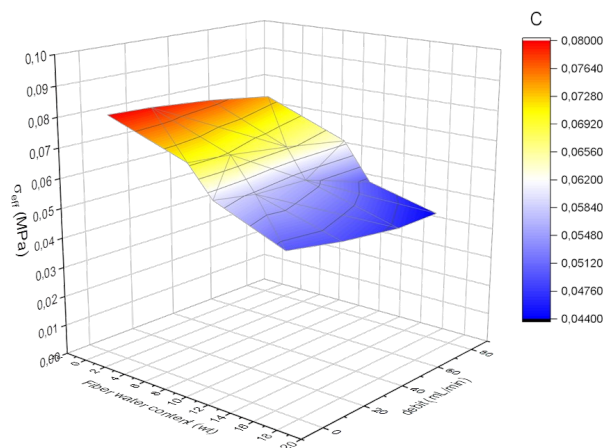


Fig. 2: Représentation 3D du calcul de la contrainte effective en fonction de la teneur en eau de la préforme et du débit de résine imposé

L'utilisation de ce procédé *low-tech* permettrait aux industries de miser davantage sur des procédés à grande échelle en réduisant leurs coûts économiques et écologiques. De plus, il permet l'étude à débit imposé des phénomènes physiques se produisant dans la mise en forme de composites à fibres naturelles. En perspective, cette étude se poursuit à travers la prise en compte des forces de frictions mise en jeu lors de l'imprégnation ainsi que de l'influence de la teneur en eau des fibres naturelles sur la viscosité du polymère.

## Références

- [1] C. Baley, A. Bourmaud, and P. Davies, "Eighty years of composites reinforced by flax fibres: A historical review," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 144, p. 106333, May 2021, doi: 10.1016/j.compositesa.2021.106333.
- [2] A. Hindersmann, "Confusion about infusion: An overview of infusion processes," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 126, p. 105583, Nov. 2019, doi: 10.1016/j.compositesa.2019.105583.
- [3] K. Terzaghi, *Theoretical Soil Mechanics*, John Wiley&Sons, Inc. 1943.
- [4] W. Garat, N. Le Moigne, S. Corn, J. Beaugrand, and A. Bergeret, "Swelling of natural fibre bundles under hygro- and hydrothermal conditions: Determination of hydric expansion coefficients by automated laser scanning," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 131, p. 105803, Apr. 2020, doi: 10.1016/j.compositesa.2020.105803.

## Rôle de l'interface fibre/matrice dans la réponse dynamique de biocomposites renforcés par des fibres de lin

### *Role of the Fiber/Matrix Interface in the Dynamic Response of Flax-Fiber-Reinforced Biocomposites*

Bernard Miranda Campos<sup>1</sup>, Jean-Baptiste Jouenne<sup>2</sup>, Patricia Jouannot-Chesney<sup>1</sup>, Joël Bréard<sup>2</sup>

1 : Laboratoire de Cristallographie et Sciences des Matériaux - CRISMAT  
UMR 6508, CNRS, ENSICAEN, Université de Caen  
6, bd Maréchal Juin, CS 45053, 14050 Caen Cedex 4  
e-mail : bernard.miranda-campos@ensicaen.fr et patricia.jouannot@ensicaen.fr

2 : Aliments Bioprocédés Toxicologie Environnements - ABTE  
UR4651, Université de Caen  
2, Boulevard Maréchal Juin, CS14032, 14032 Caen Cedex  
e-mail : joel.breard@unicaen.fr

Les composites à matrice biosourcée renforcés par des fibres naturelles constituent aujourd'hui une voie privilégiée pour la substitution des matériaux composites à matrice pétrosourcée. Cependant, leur performance mécanique dépend fortement de la nature des fibres et de la qualité de l'interface fibre/matrice, élément critique qui contrôle le transfert de charge, la dissipation d'énergie et leur performance à moyen et à long terme. Dans ce contexte, ce travail analyse le rôle de l'interface dans deux systèmes biosourcés : des composites polyamide-11/lin et PHBV/lin élaborés par thermocompression, présentant des taux volumiques de fibres compris entre 38 et 63 %. L'objectif principal est de caractériser la réponse dynamique et l'adhésion interfaciale, notamment via des approches basées sur l'analyse mécanique dynamique. L'influence de l'orientation des fibres ( $+45^\circ/-45^\circ$  et  $0^\circ/90^\circ$ ), du taux volumique des fibres et de l'humidité sur l'interface sera également étudié.

L'interface fibre/matrice dans les composites renforcés par des fibres lignocellulosiques est particulièrement complexe en raison du caractère hydrophile<sup>1</sup>, viscoélastique<sup>2</sup> et multi-composants des fibres naturelles. Contrairement aux systèmes renforcés par des fibres synthétiques, l'amortissement mécanique des fibres naturelles ne peut être négligé dans l'analyse de la réponse dynamique.<sup>3</sup> Les indicateurs classiques d'adhésion interfaciale (facteur  $b$ , loi des mélanges appliquée au  $\tan \delta$ ) surestiment alors l'effet interfacial car ils attribuent automatiquement tout l'amortissement aux phénomènes d'interface.<sup>4,5</sup> Dans ce travail, ces approches sont revisitées pour intégrer explicitement l'amortissement propre des aux fibres de lin, permettant une évaluation plus réaliste de la qualité interfaciale.

Des analyses DMA ont été réalisées en traction et en flexion ( $-20$  à  $160$  °C,  $1$  Hz) afin de suivre l'évolution du module de stockage ( $E'$ ), du module de perte ( $E''$ ) et du facteur de perte ( $\tan \delta$ ). Les fibres de lin ont également été testées séparément en traction pour déterminer leur amortissement propre. Les interfaces ont également été examinées par MEB. Les résultats montrent que les composites PHBV/lin présentent une rigidité plus élevée que les composites PA-11/lin, en raison de la cristallinité supérieure du PHBV, 62 % contre 28 % pour le PA-11. Le comportement dynamique révèle une influence marquée de la température sur la qualité interfaciale. Dans les composites PA-11/lin, une diminution accrue du module apparaît au-dessus de  $50$  °C. Les composites PHBV/lin montrent une décroissance lente et continue de  $E'$ , suggérant une interface plus stable thermiquement, associée à une matrice plus cristalline et plus rigide.

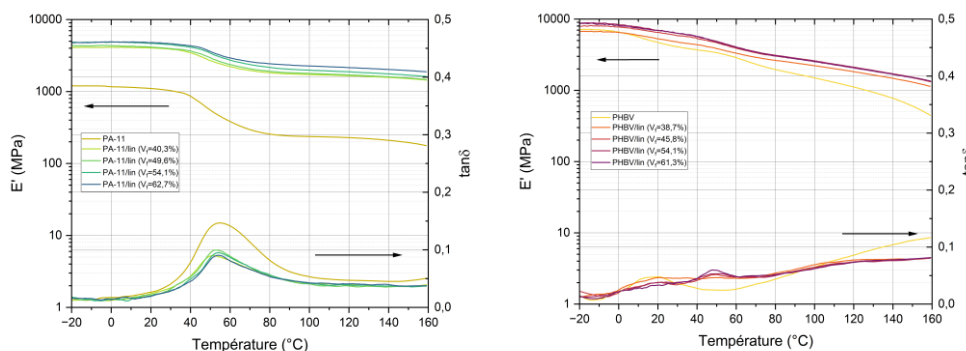


Figure 1 : Module de stockage ( $E'$ ) et facteur de perte ( $\tan \delta$ ) en traction pour les composites PA-11/lin et PHBV/lin orientés à  $+45^\circ/-45^\circ$ .

La prise en compte du  $\tan \delta$  des fibres permet de corriger la loi des mélanges et montre que l'amortissement observé dans les composites n'est pas uniquement dû à l'interface. Le facteur d'efficacité de renfort révèle deux comportements contrastés. Dans le composite PA-11/lin, l'efficacité reste élevée et peu sensible à la fraction volumique ( $\approx 5\text{--}7$  à  $23^\circ\text{C}$ ), suggérant une saturation interfaciale. Dans le composite PHBV/lin, l'efficacité augmente fortement avec la teneur en fibres, montrant une interface mécaniquement plus sensible à la densification du réseau.

Table 1 : Influence du facteur d'efficacité de renforcement ( $\eta$ ) à  $23^\circ\text{C}$  sur le taux volumique des fibres- pour les composites PA-11/lin et PHBV/lin

| Composite | Taux volumique (%) | $\eta$ à $23^\circ\text{C}$ |
|-----------|--------------------|-----------------------------|
| PA-11/lin | 40,3               | 6,66                        |
|           | 49,6               | 5,58                        |
|           | 56,0               | 5,81                        |
|           | 62,7               | 5,36                        |
| PHBV/lin  | 38,7               | 0,28                        |
|           | 45,8               | 0,72                        |
|           | 54,1               | 0,96                        |
|           | 61,3               | 0,86                        |

L'étude met en évidence le rôle déterminant de l'interface dans le comportement dynamique de composites renforcés par des fibres de lin. L'intégration explicite de l'amortissement des fibres naturelles dans l'évaluation interfaciale constitue un outil pour caractériser ces matériaux, en particulier lorsqu'ils sont destinés à des environnements soumis à des sollicitations mécaniques, thermiques et hygrométriques variables. Les résultats montrent que le PA-11/lin présente une interface efficace mais sensible à la température, tandis que le PHBV/lin développe une interface thermiquement plus stable, dont l'efficacité augmente avec le taux de fibres. Cette compréhension de l'interface ouvre la voie à la conception optimisée de biocomposites.

## Remerciements

Ce travail a été réalisé dans le cadre du projet PROSPERITY et avec le soutien des laboratoires CRISMAT et ABTE. Les auteurs remercient Anthony Bilot pour les analyses MEB et Alix Souchon pour la mise en œuvre des composites.

## Références

1. Xu, B., Blok, R. & Teuffel, P. An investigation of the effect of relative humidity on viscoelastic properties of flax fiber reinforced polymer by fractional-order viscoelastic model. *Composites Communications* **37**, 101406 (2023).
2. Xu, B., Blok, R., Teuffel, P., Lucas, S. S. & Moonen, F. Effect of moisture in flax fiber on viscoelastic properties of the manufactured flax fiber reinforced polymer by fractional-order viscoelastic model. *Mater Today Commun* **40**, 110138 (2024).
3. Liu, T., Butaud, P., Placet, V. & Ouisse, M. Damping behavior of plant fiber composites: A review. *Composite Structures* vol. 275 Preprint at <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2021.114392> (2021).
4. Afaghi-Khatibi, A. & Mai, Y. W. Characterisation of fibre/matrix interfacial degradation under cyclic fatigue loading using dynamic mechanical analysis. *Compos Part A Appl Sci Manuf* **33**, 1585–1592 (2002).
5. Sarasua, J. R. & Pouyet, J. Dynamic Mechanical Behavior and Interphase Adhesion of Thermoplastic (PEEK, PES) Short Fiber Composites. *Journal of Thermoplastic Composite Materials* **11**, 2–21 (1998).

# Rôle des interfaces polymère–charge dans l'évolution microstructurale et mécanique des élastomères silicones soumis à un vieillissement hydrothermal cyclique

## *Role of polymer–filler interfaces in the microstructural and mechanical evolution of silicone elastomers subjected to cyclic hydrothermal ageing*

Lénaïk Belec<sup>1</sup>, Manar Ramram<sup>2</sup>, Jean-François Chailan<sup>1</sup>, François-Xavier Perrin<sup>1</sup>

1 : Université de Toulon, MAPIEM  
CS 60584 - 83041 TOULON CEDEX 9  
belec@univ-tln.fr, chailan@univ-tln.fr, perrin@univ-tln.fr

2 : Maestral Laboratory, CEA – TECHNETICS  
2 rue James Watt, 26700 Pierrelatte, France  
Manar.Ramram@technetics.com

Les élastomères silicones chargés en silice sont largement utilisés dans des applications nécessitant une stabilité chimique, thermique et mécanique sous conditions sévères [1,2]. Lorsqu'ils sont soumis à des environnements hydrothermaux complexes, tels que des cycles alternant vapeur sous pression et phases de vide, ces matériaux présentent des évolutions de propriétés macroscopiques. Les travaux présentés visent à analyser l'évolution des interfaces polymère–silice et ses conséquences sur la topologie du réseau et les propriétés mécaniques d'un caoutchouc silicone HTV chargé en silice, soumis à un vieillissement hydrothermal cyclique.

Dans les élastomères silicones renforcés, les propriétés mécaniques résultent de la coexistence d'un réseau chimique covalent et d'un réseau physique associé aux interactions polymère–charge et charge–charge. Sous vieillissement hydrothermal, la liaison siloxane (Si–O–Si) peut subir des réactions d'hydrolyse, suivies de réactions de recombinaison ou de condensation. La présence de charges de silice implique des modifications supplémentaires, du fait de la présence de groupes silanols en surface qui favorisent l'adsorption d'eau et des réactions chimiques avec le polymère [3]. Ces évolutions aux interfaces modifient la densité de réticulation effective, la mobilité locale des chaînes et l'architecture du réseau de charges. L'enjeu est de corrélérer ces transformations interfaciales aux évolutions observées à l'échelle macroscopique, notamment en termes de rigidité, de déformation rémanente en compression et d'effet Mullins [4].

Le matériau étudié est un silicone HTV à base de polyvinylidiméthylsiloxane (VMQ), chargé par une silice amorphe, et réticulé par peroxyde soumis à un vieillissement cyclique combinant des phases de vide à 80 °C et des expositions à de la vapeur saturée à 134°C sous pression, reproduisant les conditions en service. L'évolution microstructurale est caractérisée par une approche multi-technique associant mesures de perte de masse, analyses thermogravimétriques, spectroscopie infrarouge, gonflement en solvant et spectroscopie RMN solide <sup>29</sup>Si CP-MAS. Cette dernière permet un suivi fin des espèces (unités Q<sup>4</sup>/Q<sup>3</sup> de la silice et unités D du polymère), de l'état de condensation de la silice et de la nature des interactions à l'interface. Les propriétés mécaniques sont évaluées par des mesures de dureté Shore A, de compression set, ainsi que par des essais de traction monotone et cyclique. Le comportement mécanique est interprété à l'aide d'un modèle hyperélastique intégrant un facteur d'amplification hydrodynamique, permettant de relier l'évolution des paramètres mécaniques à la structuration du réseau de charges et aux interactions interfaciales.

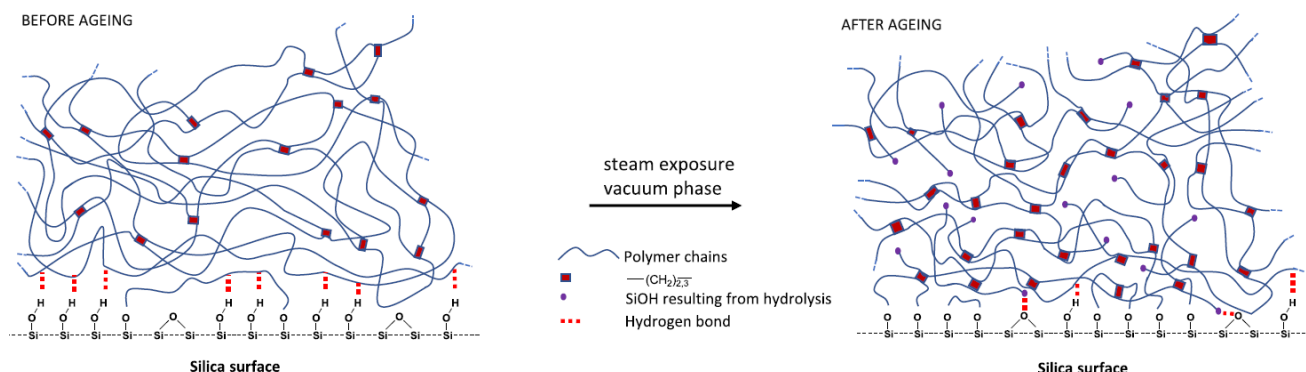


Figure 1 : réarrangements aux interfaces silicone-silice et réorganisation topologique du réseau polymère à l'origine de l'augmentation de la déformation rémanente après vieillissement

Les résultats mettent en évidence que les premières centaines de cycles de vieillissement sont dominées par des réarrangements rapides aux interfaces polymère–silice. Les analyses RMN montrent une augmentation du rapport  $Q^4/Q^3$ , traduisant une condensation accrue de la silice, associée à la formation de chaînes oligodiméthylsiloxanes greffées à la surface des charges. Ces évolutions traduisent un passage progressif d'interactions physiques (liaisons hydrogène) vers des liaisons covalentes polymère–silice (Figure 1).

Les mesures de gonflement montrent une diminution de la contribution des interactions physiques au réseau total, associées à la restructuration de l'interface. La volatilisation de cycles oligomériques issus de réactions de dépolymérisation entraîne une perte de masse du polymère et donc un enrichissement en silice, renforçant l'impact du réseau de charges. À l'échelle mécanique, ces transformations se traduisent par une augmentation progressive de la dureté et du module, ainsi qu'une augmentation du compression set (figure 2).

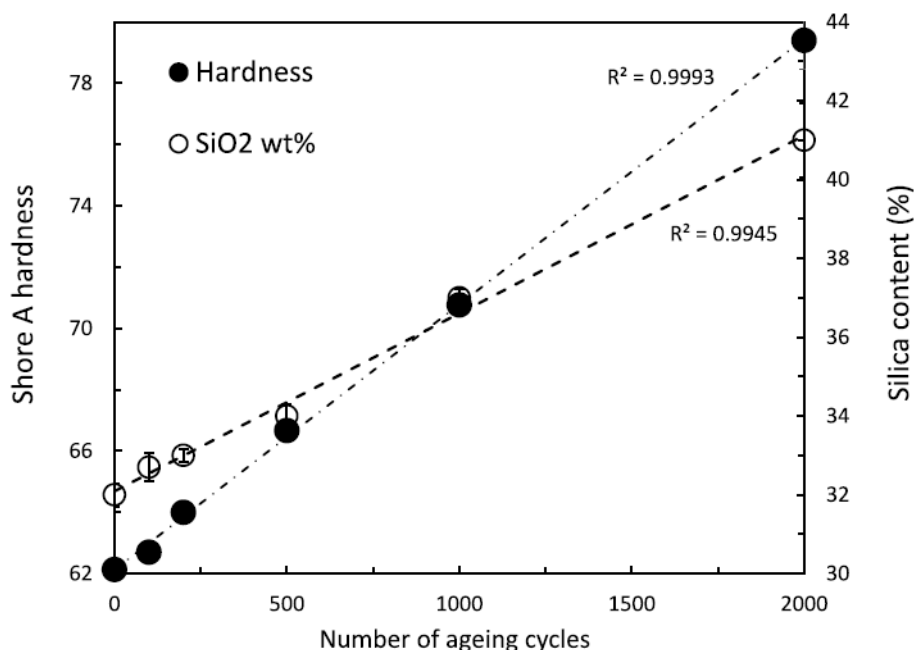


Figure 2 : Evolution de la dureté shore A et du taux de silice en fonction du nombre de cycles

Les essais de traction montrent que l'évolution du comportement à faible déformation est principalement contrôlée par l'augmentation de la fraction de charges et par la structuration du réseau filler–filler. A forte déformation, les effets de l'hydrolyse du réseau polymère deviennent prépondérants. L'évolution du facteur d'amplification hydrodynamique et de l'effet Mullins confirme que le vieillissement modifie profondément la taille initiale et la stabilité des agrégats de charges, en lien direct avec les réarrangements interfaciaux.

L'ensemble des résultats montre que le vieillissement hydrothermal des silicones chargés ne peut s'expliquer par la dégradation du réseau polymère seul. Les interfaces polymère–silice apparaissent comme des zones clés où se concentrent les dégradations chimiques et physiques, gouvernant l'évolution globale du matériau. Les résultats montrent le rôle prépondérant des interfaces dans la durabilité des élastomères silicones chargés soumis à des environnements extrêmes.

## Références

- [1] F. De Buyl, « Silicone sealants and structural adhesives », *International Journal of Adhesion and Adhesives* Vol. 21, pp 411–22, 2001
- [2] A. Stricher, L. Picard, B. Gabrielle, E. Delebecq, F. Ganachaud « Influence of the microstructure of gums on the mechanical properties of silicone high consistency rubbers », *Polymer International* Vol. 65, pp 713–720, 2016
- [3] M. Ramram, L. Belec, J.-F. Chailan, F. Rouillard, F.-X. Perrin « Pressure steam ageing of silica filled silicone rubber : degradation mechanisms », *Polymer Degradation and Stability*, Vol. 237 p.111332, 2025
- [4] M. Ramram, L. Belec, J.-F. Chailan, F. Rouillard, F.-X. Perrin « From filler–polymer interfacial rearrangements to silica enrichment: Microstructural origins of mechanical degradation in hydrothermally aged HTV silicone rubber », *Journal of Materials Research and Technology* Vol. 41, pp 1204–1212, 2026

## Compréhension et caractérisation des interphases résultantes de l'interdiffusion des chaînes polymères

### *Understanding and characterization of interphases resulting from polymer chains interdiffusion*

Jean-François Gérard, Sébastien Livi, Jannick Duchet-Rumeau

Ingénierie des Matériaux Polymères, UMR5223,  
17 avenue Jean Capelle, F-69621 Villeurbanne Cédex  
jannick.rumeau@insa-lyon.fr

L'assemblage de matériaux polymères constitue un enjeu majeur dans de nombreux domaines industriels tels que l'emballage, l'aéronautique, l'automobile ou encore les dispositifs médicaux. Parmi les différents mécanismes pouvant assurer la cohésion entre deux surfaces polymères, l'interdiffusion de chaînes macromoléculaires joue un rôle central, notamment lorsqu'il s'agit d'obtenir une soudure ou une adhésion sans ajout de colle ni d'agent de couplage externe.

Ce processus repose sur la capacité des chaînes polymères à diffuser et à s'enchevêtrer à travers l'interface lorsqu'elles sont mises en contact sous des conditions thermodynamiques favorables, souvent au-dessus de la température de transition vitreuse ( $T_g$ ) ou de fusion ( $T_m$ ) du polymère. L'interpénétration progressive des macromolécules conduit ainsi à la disparition de la frontière initiale entre les deux matériaux, assurant une continuité structurale et mécanique, i.e la cicatrisation de l'interface. Ce processus comprend deux grandes étapes, le contact intime et l'autohésion. Le contact intime se résume à un problème hydrodynamique puisqu'il s'agit d'étudier l'écoulement du polymère sous l'application d'une pression à une température donnée. Quant à l'autohésion, elle est régie par la diffusion des chaînes macromoléculaires à travers l'interface par un mouvement de reptation.

La compréhension fine de ce phénomène est essentielle pour maîtriser les propriétés d'adhésion, de résistance mécanique et de durabilité des assemblages polymères. Elle implique l'étude des paramètres matériaux tels que la nature chimique des polymères, leur masse molaire, leur polydispersité mais également l'étude des paramètres procédés comme la température, le temps de contact, la pression.

Des mesures en rhéologie dynamique permettent de déterminer les temps de relaxation des chaînes macromoléculaires en vue de déduire le temps de reptation. Les temps d'établissement du contact intime sont évalués à partir de mesure de rugosité de surface et de viscosité. Enfin, le test de clivage (test ADCB-Assymetric Double Cantilever Beam) permet de déterminer l'énergie de rupture des assemblages.

Trois exemples d'interphases cicatrisées seront présentés : i/ dans le cas d'un assemblage avec un polymère amorphe haute performance<sup>1</sup>; ii/ dans le cas d'un assemblage avec un polymère semi-cristallin<sup>2</sup>, iii/dans le cas d'un composite auto-renforcé fibre et matrice de même nature<sup>3</sup>. Dans chaque cas, les relations structures macromoléculaires et propriétés mécaniques des interphases seront discutées.

### Références

- [1] H. Lebrun, « Compréhension des mécanismes d'adhésion dans un composite à matrice thermoplastique lors de sa mise en œuvre par consolidation en continu » Thèse INSA Lyon, 2014.
- [2] J. Duchet, JP Chapel, B. Chabert, JF Gérard « Effect of the length of tethered chains on adhesion between glass and polyethylenes » *Macromolecules*, 31, 8264-8272, 1998.
- [3] A. Terras, « Compréhension des interfaces/interphases au sein d'un composite auto-renforcé de polypropylène » Thèse INSA Lyon, 2021.

## Auto-adhésion entre deux films de polybutylène succinate

### *Auto-adhesion between two polybutylene succinate films*

**Jorge Peixinho<sup>1</sup>, Martina Frangella<sup>1</sup>, Guillaume Deroo<sup>1</sup>, Xavier Colin<sup>1</sup>**

1 : Laboratoire Procédés et Ingénierie en Mécanique et Matériaux (PIMM), CNRS, Arts et Métiers Sciences et Technologies, CNAM,  
151 boulevard de l'Hôpital, F-75013 Paris

e-mails : [jorge.peixinho@ensam.eu](mailto:jorge.peixinho@ensam.eu), [guillaume.deroo@ensam.eu](mailto:guillaume.deroo@ensam.eu), [xavier.colin@ensam.eu](mailto:xavier.colin@ensam.eu)

Le polybutylène succinate (PBS) est un polymère thermoplastique biodégradable semi-cristallin avec des propriétés comparables aux plastiques dit de commodité (polyéthylène, polypropylène, polystyrène, polychlorure de vinyle, polyméthacrylate de méthyle et polytéréphtalate d'éthylène). Le PBS est produit par la polymérisation du butanediol et de l'acide succinique, deux substances qui peuvent être issues de ressources renouvelables. Son utilisation sur le marché des polymères biosourcés et bio dégradables est encore incertaine [1]. Afin d'optimiser l'utilisation du PBS dans le domaine du prototypage par fabrication additive [2], on se propose de caractériser les propriétés d'adhésion de films de PBS. En particulier, on utilise un test d'adhésion type tack entre deux cylindres croisés afin de minimiser et contrôler la surface de contact, le temps de contact et la température. Ces expériences d'adhésion visent à déterminer les conditions optimales pour créer une bonne interface en mesurant la force normale lorsque les deux cylindres sont écartés à vitesse constante. L'analyse de l'évolution de la force normale permet de calculer le travail d'adhésion. Ces résultats permettront de discuter les mécanismes d'adhésion entre filaments avec une approche multi-échelle. Plusieurs mécanismes sont envisagés, le soudage par interdiffusion des chaînes polymère de la phase amorphe, et également par co-cristallisation au niveau de l'interface. Cette hypothèse de co-cristallisation sera discutée à l'aide de résultats de mesures par calorimétrie et d'imagerie optique à lumière polarisée afin de quantifier la cinétique de croissance cristalline lors du refroidissement du polymère fondu.

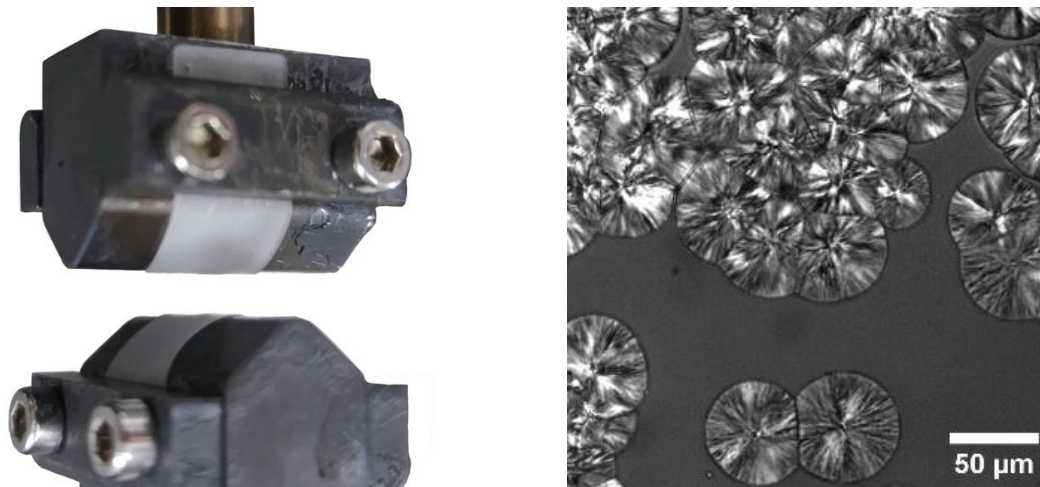


Fig. 1. (À droite) Photographie de l'expérience d'adhésion type tack entre 2 cylindres croisés. (À gauche) Image par microscopie optique à lumière polarisée des cristaux de PBS à 90 °C

### Références

- [1] B. M. Campos, J.-B. Jouenne, S. Begrem, P. Jouannot-Chesney, R. Mosrati, J. Bréard « Bio-based and biodegradable polymers for composites: Sustainability, challenges, and future perspectives », *Journal of Environmental Chemical Engineering* Vol. 13, 119306, 2025.
- [2] M. V. Candal, I. Calafel, N. Aranburu, M. Fernández, G. Gerrica-Echevarria, A. Santamaría, A. J. Müller « Thermo-rheological effects on successful 3D printing of biodegradable polyesters », *Additive Manufacturing* Vol. 36, 101408, 2020

## **Influence de la taille des microfibrilles dans l'adhérence d'un film de microfibrilles de cellulose laminé par voie humide sur papier et carton**

### ***Influence of the microfibril size on the adhesion of a microfibrillated cellulose film wet-laminated on paper and paperboard***

**Nelly Vanessa Padilla Bello<sup>1</sup>, Mathilde Rota<sup>2</sup>, Hélène Curmi<sup>2</sup>, Fleur Rol<sup>2</sup>  
Christian Geindreau<sup>1</sup>, Sabine Rolland du Roscoat<sup>1</sup>**

1 : 3SR Laboratoire  
Université Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble-INP  
1301 rue de la piscine, 38400, France  
e-mail : [nelly-vanessa.padilla-bello@u-pariscite.fr](mailto:nelly-vanessa.padilla-bello@u-pariscite.fr), [sabine.rolland-du-roscoat@univ-grenoble-alpes.fr](mailto:sabine.rolland-du-roscoat@univ-grenoble-alpes.fr) et  
[christian.geindreau@univ-grenoble-alpes.fr](mailto:christian.geindreau@univ-grenoble-alpes.fr)

2 : C.T.P, Centre Technique du Papier  
CS 90251 - 341, rue de la Papeterie, 38400, France  
e-mail : [mathilde.rota@webctp.com](mailto:mathilde.rota@webctp.com), [helene.curmi@webctp.com](mailto:helene.curmi@webctp.com) et [fleur.rol@webctp.com](mailto:fleur.rol@webctp.com)

La demande pour des matériaux biosourcés, biodégradables, recyclables et recyclés est en pleine croissance. Les consommateurs et les politiques publiques en Europe encouragent l'économie circulaire et le remplacement des emballages plastiques à usage unique. Les matériaux fibreux cellulosiques, tels que le papier et le carton, constituent une solution économique et technologique aux problèmes posés par les matériaux issus de ressources fossiles. Cependant, les papiers et cartons classiques présentent un réseau poreux à plusieurs échelles et sont perméables ; ils ne possèdent pas de bonnes propriétés de barrière mais peuvent être utilisés pour créer des structures multicouches fonctionnelles.

L'utilisation de films de cellulose microfibrillée (MFC) comme revêtement des matériaux cellulosiques classiques (papier, carton) apparaît comme une solution prometteuse pour développer des emballages alimentaires biosourcés. Les films MFC sont biodégradables, recyclables et présentent de bonnes propriétés barrière à la graisse, à l'oxygène et aux contaminants [1]. Ils peuvent être laminés grâce à la technique de lamination humide. Cette technique combine filtration, pressage et séchage pour produire, en un seul passage, des structures multicouches dans lesquelles le film MFC adhère aux matériaux cellulosiques sans ajout de colle [2].

L'adhésion du film MFC au matériau cellulosique est essentielle pour les applications d'emballage alimentaire. Une faible adhésion peut entraîner des fissurations/décollements lors du pliage, compromettant ainsi les propriétés mécaniques et barrière de l'emballage. L'adhésion entre matériaux cellulosiques et films MFC dépend de leurs caractéristiques (rugosité, énergie de surface, chimie de surface, absorption, etc.) ainsi que du procédé utilisé pour former le film MFC sur le substrat [3] [4].

La qualité de l'adhésion dépend également de la surface de contact entre les deux couches. Cette surface de contact (sa valeur et son homogénéité) peut jouer un rôle important dans la formation de liaisons hydrogène et dans l'ancrage mécanique. Cependant, à notre connaissance, cette surface de contact, qui dépend de plusieurs paramètres (propriétés de surface, taille des MFC, etc.), n'a jamais été mesurée. Seules des images MEB ont jusque-là permis d'obtenir une information qualitative sur la surface d'adhésion [5]. Une compréhension complète de l'adhésion du film MFC obtenu par la technique de lamination humide nécessite donc de combiner des mesures de force au pelage avec une analyse détaillée de la surface de contact (propriétés physiques et microstructurales).

L'objectif de ces travaux est d'étudier l'adhésion de films MFC fabriqués à partir de deux grades de MFC (de tailles différentes), laminés par voie humide sur deux papiers et un carton. L'un des papiers et le carton sont des matériaux commerciaux conçus pour l'emballage alimentaire, tandis que l'autre papier, composé uniquement de fibres de coton, est considéré comme un matériau de référence. Ces matériaux de base ont été choisis pour étudier l'influence de leur microstructure et de leurs traitements de fabrication (revêtement, charges, calandrage, etc.) sur l'adhésion des films de MFC. La microstructure 3D de ces matériaux a été caractérisée par micro-tomographie synchrotron X (0,36  $\mu\text{m}/\text{pixel}$ ). Les images 3D obtenues ont ensuite été utilisées pour calculer plusieurs paramètres microstructuraux, notamment la surface de contact entre le film MFC et les matériaux de base. En parallèle, les propriétés de surface (mouillabilité, rugosité) des films MFC et des matériaux de base, ainsi que leurs propriétés d'adhésion (force de pelage), ont été mesurées selon des normes standardisées.

Les résultats obtenus montrent que la surface de contact entre les deux couches dépend fortement de la longueur des microfibrilles de la MFC, et plus précisément du rapport entre cette longueur et la largeur des fibres ou la rugosité des matériaux de base. Lorsque ce rapport est faible ( $\ll 1$ ), la surface de contact est homogène et élevée, quel que soit le

matériau de base. Dans ce cas, la surface de contact atteint un maximum correspondant à la fraction de fibre dans le « bulk » des matériaux de base. Lorsque ce rapport est de l'ordre de 1, c'est-à-dire lorsque la longueur des microfibrilles est comparable à la rugosité des matériaux de base, la surface de contact devient hétérogène et deux fois plus faible. Nos résultats confirment également que la force de pelage augmente lorsque le matériau de base est fortement hydrophile. Ils montrent par ailleurs que de petites microfibrilles permettent d'atteindre une surface de contact large et homogène, et favorisent la formation de liaisons hydrogène avec les fibres du matériau de base, notamment lorsque leur surface n'est pas lisse (présence de microfibrilles à leur surface). Ce travail apporte de nouvelles perspectives sur la relation entre microstructure et adhésion dans les systèmes multicouches à base de cellulose, et soutient le développement de nouveaux matériaux d'emballage biosourcés.

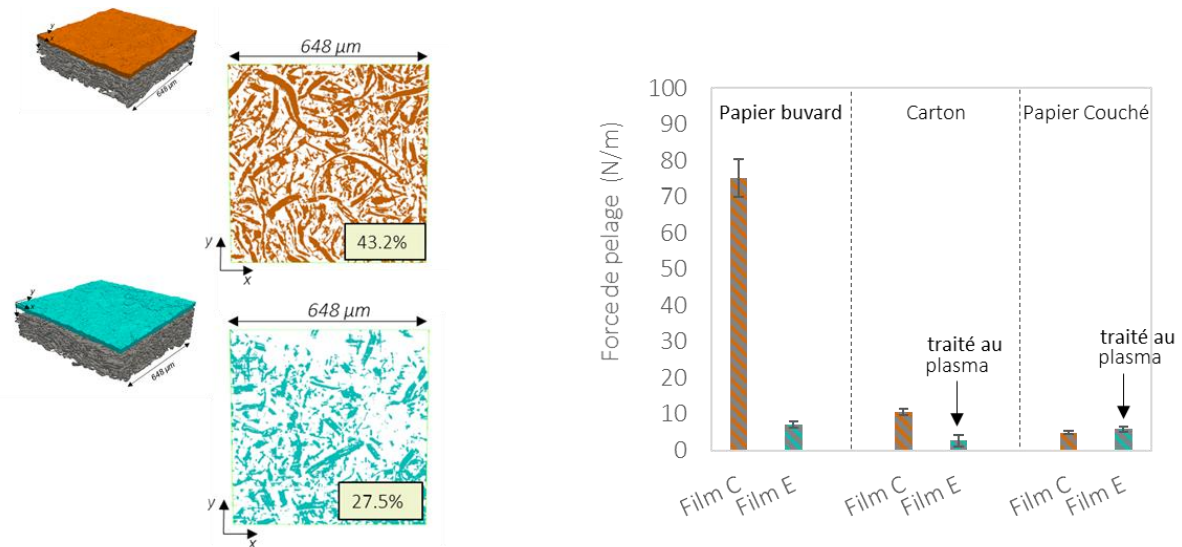


Fig. 1. Reconstruction volumique des matériaux bicouches avec l'image de la surface de contact entre les deux couches (à gauche), ainsi que le graphique de la force de pelage mesurée entre les matériaux de base et les films (à droite).

## Références

- [1] Aulin C, Gallstedt M, Lindstro T. Oxygen and oil barrier properties of microfibrillated cellulose films and coatings 2010.
- [2] Guerin D, Rharbi Y, Hubert P, Meyer V, Process and device for manufacturing a laminated material comprising a fibrillated cellulose layer; 2016.
- [3] Kumar V, Elfving A, Koivula H, Bous D, Toivakka M. Roll-to-Roll Processed Cellulose Nano fiber Coatings. Ind Eng ChemRes 2016.
- [4] Bru F, Rol F, Martinez P, Monot C, Leroy L, Meyer V, et al. Combination of MFC wet lamination and chromatogeny grafting processes to produce all cellulose packaging materials. Cellulose 2024
- [5] Hult EL, Iotti M, Lenes M. Efficient approach to high barrier packaging using microfibrillar cellulose and shellac. Cellulose 2010.

## Préparation de surface avant collage

## Compréhension des mécanismes d'interaction laser–matière lors de la préparation de surface des CFRP par laser UV

### *Understanding Laser–Material Interaction Mechanisms in UV Laser Surface Preparation of CFRPs*

**J Reynis<sup>1</sup>, S Kirchner<sup>1</sup>, L Ferres<sup>1</sup>, S Ünal<sup>2</sup>, M Péron<sup>1,3</sup>, N Cuvillier<sup>1,4</sup>, J Lecomte<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>IRT Saint Exupéry, Esplanade des Arts et Métiers, 33405 Talence, France.

<sup>2</sup>Airbus, 18 rue Marius Tercé, 31300 Toulouse, France.

<sup>3</sup>ArianeGroup, Les cinq chemins, rue du Touban, 33185 Le Haillan, France.

<sup>4</sup>Safran Composites, 33 avenue de la Gare, 91760 Itteville, France.

Dans les industries aéronautique et aérospatiale, le remplacement des assemblages rivetés ou vissés par des collages structuraux joue un rôle déterminant dans la réduction du poids des structures et la réalisation d'assemblages multi-matériaux. Les composites à matrice polymère renforcés en fibre de carbone (CFRP) sont de plus en plus utilisés dans ces assemblages collés en raison de leur résistance et de leur rigidité spécifique élevées. Cependant, une préparation de surface efficace avant collage est essentielle pour garantir les performances mécaniques et la durabilité de ces assemblages.

La préparation de surface par laser s'impose comme une alternative prometteuse aux méthodes conventionnelles, telles que le ponçage ou le sablage qui sont le plus souvent des opérations manuelles et difficilement contrôlables. L'objectif de la préparation de surface avant collage de CFRP consiste en l'élimination de la couche superficielle de résine. Depuis plusieurs années, l'IRT Saint Exupéry développe le procédé de préparation de surface par laser, au travers de l'identification et de la compréhension de l'effet des paramètres clés du procédé, ainsi qu'en travaillant sur son transfert vers des environnements industriels.

Cette étude porte sur le procédé laser ultraviolet (UV) nanoseconde pour la préparation de surface de CFRP. La technologie laser UV est particulièrement adaptée aux CFRP en raison de l'ablation sélective qu'elle permet : la résine absorbe fortement le rayonnement UV, tandis que les fibres de carbone l'absorbent moins<sup>1</sup>. L'évaluation du procédé laser pour la préparation de surface avant collage porte sur l'identification de paramètres opératoires optimaux, déterminés par une approche statistique (plan d'expérience). Cette approche a été mise en œuvre pour les différents CFRP des donneurs d'ordre industriels, présentant des états de surface rugueux (peel-ply), lisses et intermédiaires. Un exemple d'évolution de la surface en fonction de l'énergie par unité de surface appliqué ou nombre de passes laser est présenté sur la Figure 1, pour un état de surface initial peel-ply. Cet état de surface non uniforme génère une surface hétérogène après préparation de surface (surface plus ou moins recouverte de résine), jusqu'à une ablation totale de la résine pour les conditions les plus sévères.

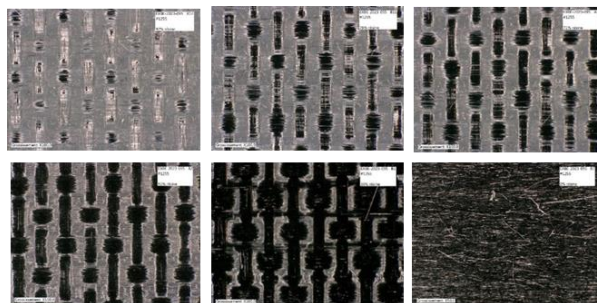


Figure 1 : Evolution de la surface du CFRP selon la sévérité de la préparation de surface laser, en termes de fluence (énergie par unité de surface) ou de nombre de passes

Les plans d'expérience mis en œuvre sur CFRP et évalués par essais de cisaillement simple ont permis de faire émerger certaines gammes opératoires optimales permettant l'optimisation de la tenue mécanique ainsi que des faciès de rupture

<sup>1</sup> Henrik Schmutzler et al., « Improvement of Bonding Strength of Scarf-Bonded Carbon Fibre/Epoxy Laminates by Nd:YAG Laser Surface Activation », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 67 (décembre 2014): 123-30, <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2014.08.029>.

(pas de délaminage). En complément de cela, pour des CFRP différents, des plans d'expériences ont été conduits en combinant un procédé de préparation de surface par laser et un procédé plasma atmosphérique. Les configurations ainsi obtenues ont été évaluées par des essais de quadruple cisaillement. Les résultats montrent qu'avec le procédé laser, la rupture se produit systématiquement dans le matériau, et non à l'interface, contrairement au procédé plasma atmosphérique. Néanmoins, une certaine variabilité peut être mise en évidence, celle-ci n'étant pas liée au processus de collage. Cette campagne a été complétée par des évaluations complémentaires comme l'effet du lot matière, ou la durée entre le collage et l'essai. Ces études n'ont pas permis d'expliquer de manière complète la variabilité observée. En complément de cela, pour des CFRP différents, des plans d'expériences ont été conduits en combinant un procédé de préparation de surface par laser et un procédé plasma atmosphérique. Les configurations ainsi obtenues ont été évaluées par des essais de quadruple cisaillement. Les résultats montrent qu'avec le procédé laser, la rupture se produit systématiquement dans le matériau, et non à l'interface, contrairement au procédé plasma atmosphérique.

L'ensemble des campagnes menées montrent que si une performance certaine du procédé pour la préparation de surface avant collage est démontrée, la compréhension des phénomènes mis en jeu est déterminante pour assurer la robustesse et la reproductibilité de la préparation de surface avant collage. De premières études ont été amorcées pour analyser l'impact du procédé sur le matériau. Comme le montre la Figure 2, des analyses FIB-MEB ont été réalisées pour 3 configurations d'un CFRP présentant un état de surface peel-ply : pas de préparation de surface, préparation de surface modérée et sévère. Cette approche permet l'usinage du matériau dans l'épaisseur (jusqu'à 200  $\mu\text{m}$  de profondeur), sans l'endommagement qui aurait pu être causé par un usinage mécanique. Les vues en coupe permettent d'observer que des conditions sévères de traitement laser peuvent mener à l'élimination de résine inter-fibres, et au déchaussement potentiel de ces dernières, tel qu'observé avec les faciès de rupture. Pour toutes les configurations, l'intégrité des fibres semble par ailleurs préservée.

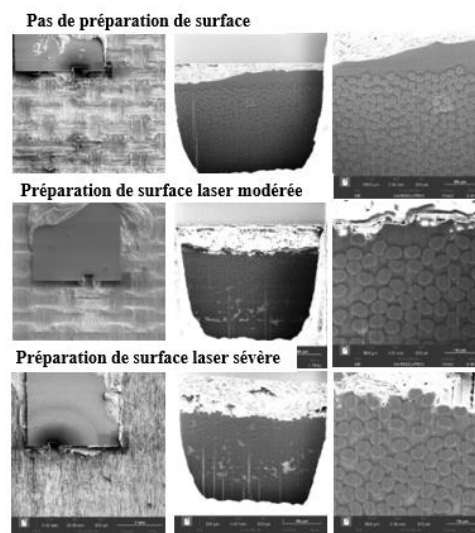


Figure 2 : Clichés FIB-MEB à différents grossissements d'un CFRP présentant un état de surface peel-ply selon trois configurations : pas de préparation de surface, préparation de surface par laser modéré et sévère

L'évaluation de l'interaction laser-matière et son impact sur la santé matière du matériau reste à poursuivre, en tenant compte de la complexité de ces matériaux : hétérogénéité en termes de composition, de surface (épaisseur de résine variable), interface fibre-résine. Ces travaux confirment le potentiel du procédé laser nanoseconde UV pour la préparation de surface des CFRP avant collage, tout en mettant en évidence la complexité de l'interaction laser-matière dans ces matériaux hétérogènes. La dispersion observée au travers de diverses campagnes souligne la nécessité de mieux comprendre les mécanismes en jeu à différentes échelles. L'enjeu actuel est désormais de relier plus finement les paramètres procédés aux modifications en surface et dans l'épaisseur, afin de garantir une adhésion robuste ainsi que la santé matière du matériau traité.

## Amélioration de la résistance des joints hybrides DP600/PA6GF47 par structuration laser de surface et ajout de poudre PA6

### *Enhancing DP600/PA6GF47 Hybrid Joint Strength through Laser Surface Structuring and PA6 Powder Interlayering*

K. BOUKHADRA<sup>1,2,3\*</sup>, Z. JENDLI<sup>1</sup>, J – C. WALRICK<sup>1</sup>, A. KOUADRI – HENNI<sup>2,3</sup>

1 : ESTACA, ESTACA'Lab  
Laval, F-53000 Laval, France

e-mail : [Khaoula.boukhadra@estaca.fr](mailto:Khaoula.boukhadra@estaca.fr), [Zouhaier.jendli@estaca.fr](mailto:Zouhaier.jendli@estaca.fr) et [Jean-Christophe.WALRICK@estaca.fr](mailto:Jean-Christophe.WALRICK@estaca.fr)

2 : INSA Rennes

20 Avenue des Buttes de Coësmes, 35708 Rennes, France

e-mail : [Khaoula.boukhadra@insa-rennes.fr](mailto:Khaoula.boukhadra@insa-rennes.fr) et [Kouadri-Henni@insa-rennes.fr](mailto:Kouadri-Henni@insa-rennes.fr)

3 : Laboratory of Digital Sciences of Nantes (LS2N), Team ROMAS, UMR CNRS 6004  
1 rue de la Noë, 44300 Nantes, France

Afin de favoriser l'écoulement de la résine à l'interface d'assemblage et d'améliorer la mouillabilité, plusieurs travaux ont examiné l'intégration d'intercouches polymériques sous forme de films ou de poudres. André et al. [1, 2] ont étudié le procédé de friction ponctuelle (FSpJ) appliqué à l'alliage d'aluminium 2024-T3 assemblé à un composite PPS renforcé de fibres de carbone, en introduisant une inter-couche additionnelle constituée d'un film de PPS. Leurs résultats ont mis en évidence des améliorations substantielles de la microstructure du joint, de ses performances mécaniques ainsi que de son mode de rupture. L'ajout d'un film de PPS d'environ 100 µm a permis d'augmenter la résistance traction-cisaillement jusqu'à 55 %, la force ultime en cisaillement simple passant ainsi de  $2700 \pm 115$  N à  $3070 \pm 165$  N par rapport aux assemblages dépourvus d'inter-couche. Ces améliorations ont été attribuées à une augmentation de la surface de liaison effective, à une meilleure distribution des contraintes et à un ancrage micro-mécanique renforcé au niveau de l'interface.

De leur côté, Ye et al. [3] ont employé un film de polyamide de 40 µm en tant qu'additif interfacial pour favoriser la formation d'un joint bout à bout entre un alliage d'aluminium et un composite CFRTP, et ont observé des améliorations significatives de la résistance mécanique. Par ailleurs, Lambiasi et al. [4] ont étudié l'assemblage thermomécanique entre un alliage d'aluminium AA7075 et du PEEK, démontrant que l'écoulement contrôlé des couches polymères à l'interface constitue un facteur déterminant pour l'obtention d'assemblages à haute intégrité structurale.

Cette étude explore une approche innovante combinant la micro-texturation laser de surface avec l'ajout de poudre de PA6 afin d'améliorer les performances d'assemblage des joints hybrides acier DP600/composite thermoplastique PA6GF47 par soudage par induction. Quatre conditions d'assemblage ont été évaluées : sans texture-sans poudre (NT-NP), sans texture-avec poudre (NT-P), avec texture-sans poudre (T-NP) et avec texture-avec poudre (T-P).

Les paramètres de texturation laser (Fréquence, Puissance du laser, durée d'impulsion et la distance focale) ont été optimisés pour créer des motifs de micro-rainures contrôlées, présentant une profondeur et une périodicité uniformes, sur la surface de l'acier DP600. Une fine couche de poudre de PA6 a été appliquée à l'interface d'adhésion avant le soudage par induction. Comme le présente la Fig.1. Deux textures de surface représentatives (T1–T2) ont été produites sous différents réglages de puissance laser (intensité d'impulsion et durée d'impulsion) afin d'évaluer l'influence des paramètres de traitement sur la morphologie de surface. Les paramètres laser correspondants ainsi que les reconstructions tridimensionnelles de surface sont récapitulées dans le Tab.1.

Toutes les opérations d'assemblage ont été réalisées à fréquence machine constante. Trois niveaux de puissance distincts ont été sélectionnés (1,25 KW, 1,75 KW et 2,5 KW), avec un courant maintenu constant tout au long du procédé. De plus, la distance entre l'inducteur et la surface métallique a été fixée à 0,2 mm, garantissant un contact direct et stable durant la phase d'assemblage. Ces paramètres ont été rigoureusement contrôlés afin d'isoler l'influence des facteurs thermiques et temporels sur le comportement d'adhésion.

Les Tests mécaniques ont montré que la configuration combinée texture-poudre (T-P) atteint la résistance au cisaillement la plus élevée, soit 19,5 MPa, ce qui représente une amélioration de 170 % par rapport aux joints non traités (7,2 MPa).

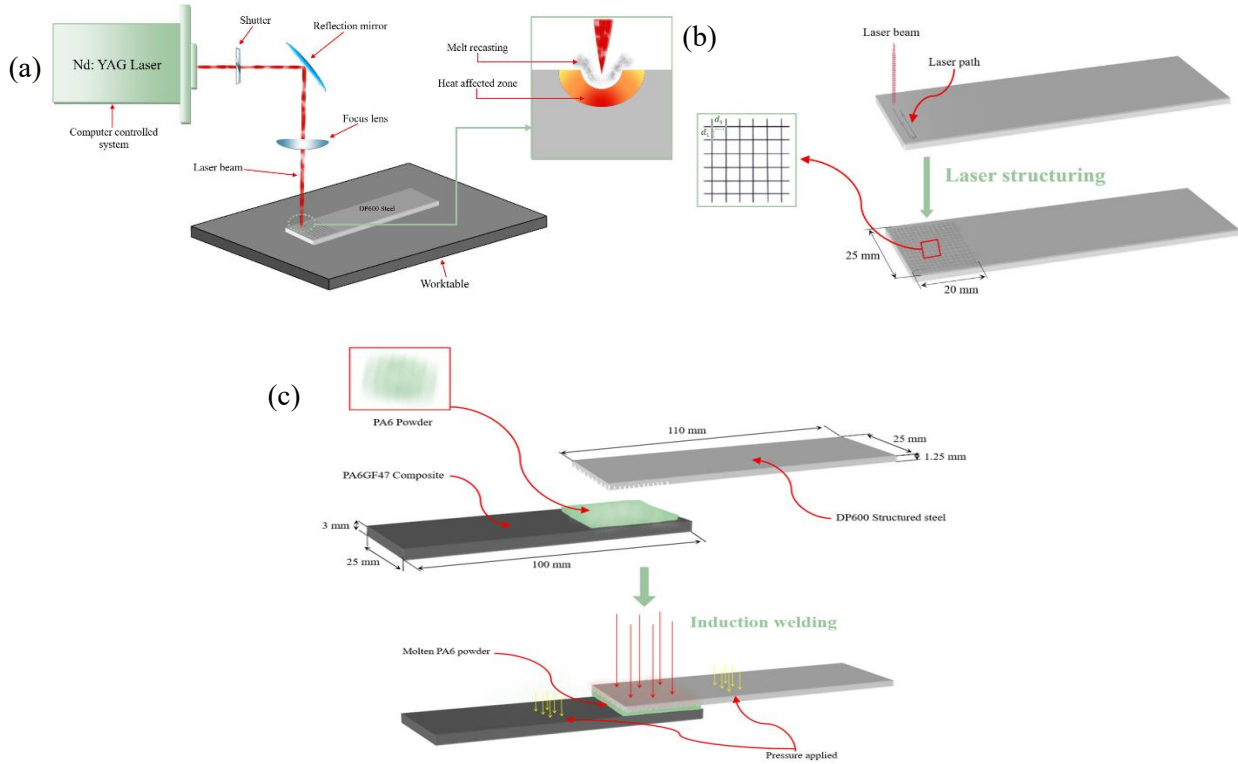
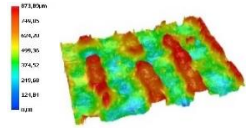
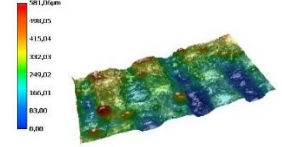


Fig.1. (a) Représentation schématique du dispositif de prétraitement au laser Nd:YAG ;(b) Prétraitement de surface du DP600 assisté par laser ; (c) Illustration de l'étape d'ajout de poudre PA6 à l'interface.

Tab.1. Paramètres de texturation laser et morphologies de surface correspondantes de l'acier DP600.

| Texture                 | Intensité d'impulsion (%) | Durée d'impulsion (%) | Espacement (mm) | Frequency (Hz) | Scanning speed | Résultat de la reconstruction 3D                                                      |
|-------------------------|---------------------------|-----------------------|-----------------|----------------|----------------|---------------------------------------------------------------------------------------|
| T1<br>(Texture adoptée) | 65                        | 15                    | $d_x = d_y = 1$ | 15             | 3 mm/s         |  |
| T2                      | 60                        | 20                    | $d_x = d_y = 1$ | 15             | 3 mm/s         |  |

L'analyse de rupture met en évidence une évolution du mode de rupture, passant d'une défaillance interfaciale pour les joints non traités à une rupture mixte avec arrachement de fibres pour les joints traités par texturation et poudre, confirmant une amélioration significative de l'adhésion interfaciale. Le joint NT-NP présente une rupture adhésive traduisant une

---

faible transmission des charges. L'ajout de poudre seul (NT-P) améliore modérément l'adhésion, avec une rupture partiellement cohésive et un arrachement limité des fibres. La texturation seule (T-NP) favorise un ancrage mécanique efficace, conduisant à un arrachement important des fibres et à une rupture plus ductile, malgré quelques zones de mauvais mouillage. La combinaison texturation-poudre (T-P) offre les meilleures performances, avec une rupture mixte dominée par un arrachement étendu des fibres et une cohésion accrue du composite, démontrant la complémentarité essentielle des deux traitements.

## Références

- [1] André, N. M., Goushegir, S. M., dos Santos, J. F., Canto, L. B., & Amancio-Filho, S. T. (2016). Friction Spot Joining of aluminum alloy 2024-T3 and carbon-fiber-reinforced poly(phenylene sulfide) laminate with additional PPS film interlayer: Microstructure, mechanical strength and failure mechanisms. *Composites Part B: Engineering*, 94, 197-208. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.03.011>.
- [2] André NM, Goushegir SM, dos Santos JF et al (2014) On the microstructure and mechanical performance of friction spot joining with additional film interlayer. In: 72nd Annual technical conference of the society of plastics engineers (ANTEC 2014). Las Vegas, Nevada, pp 1811–1817.
- [3] Ye G, Huang S, Chen Z, Liu Z. Effect of Interface Pretreatment of Al Alloy on Bonding Strength of the Laser Joined Al/CFRTP Butt Joint. *Micromachines* 2021;12(2):179, <https://doi.org/10.3390/mi12020179>.
- [4] Lambiase F, Scipioni S. Influence of laser texturing strategy on thermomechanical joining of AA7075 aluminum alloy and PEEK. *Composite Structures* 2023;315:116974 <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2023.116974>.

# Caractérisation mécanique des interfaces

## Évaluation des tenues interlaminaires de composites thermoplastiques à l'aide d'ondes de choc générées par laser

### *Evaluation of interlaminar strength of thermoplastic composites by laser-driven shock waves*

**Ronan Delalande<sup>1,2</sup>, Juan-Pablo Marquez Costa<sup>1</sup>, Yann Rouchausse<sup>1</sup>, Max Cailloux<sup>3</sup>, Marc Da Silva<sup>3</sup>, François Coulouvrat<sup>2</sup>, Laurent Berthe<sup>1</sup>, Mathieu Ducouso<sup>1,3</sup>**

1 : Laboratoire Procédés et Ingénierie en Mécanique et Matériaux  
Arts et Métiers Paris Tech, CNRS UMR 8006  
151 boulevard de l'Hôpital, 75013 Paris, France  
e-mail : ronan.delalande@ensam.eu

2 : Institut Jean le Rond d'Alembert  
Sorbonne Université, CNRS UMR 7190  
4 Place Jussieu, 75005 Paris, France

3 : SAFRAN Tech  
Rue des jeunes bois, 78772 Magny les Hameaux, France

Au cours des dernières décennies, les matériaux composites ont fait l'objet d'une attention toute particulière. En effet, la combinaison d'une matrice et de renforts pouvant être composés de matériaux différents permet d'obtenir des propriétés uniques. Parmi ces matériaux, les composites en fibre de carbone et à matrice plastique peuvent présenter d'excellents rapports résistance-poids, ce qui s'avère tout particulièrement intéressant pour certains domaines industriels comme l'industrie aéronautique. En effet, la réduction du poids d'un avion sans contrepartie vis-à-vis de la résistance globale de sa structure constitue une excellente opportunité économique mais aussi écologique. C'est la raison pour laquelle certains des appareils de dernières générations peuvent être constitués à plus de 50 % par des matériaux composites [1]. Historiquement, le développement des matériaux composites employés dans ce contexte repose sur l'utilisation de matrices thermodurcissables. Toutefois, les réactions chimiques non-réversibles offrant à ces matériaux les propriétés mécaniques désirées ont aussi pour effet de rendre particulièrement complexe leur recyclage. Cette difficulté est à l'origine d'un gain d'attractivité pour un autre groupe de matériaux composites, toujours formés à partir de fibres de carbone mais basés sur l'utilisation de matrices thermoplastiques. Ces dernières se trouvent à l'état solide en dessous d'une certaine température seuil. Au-delà, on retrouve un liquide visqueux. Ce processus thermique, réversible, permet le recyclage des matériaux formant les structures fabriquées. Si ces matériaux absorbent moins l'humidité et possèdent une résistance accrue à la fatigue [2], la dépendance aux conditions de fabrication est en revanche plus importante. En raison des processus thermiques mis en jeu lors de la mise en forme ou encore durant la cristallisation due au refroidissement, une vigilance importante est requise vis-à-vis de l'environnement de travail. Les résultats présentés dans cette étude s'inscrivent dans ce contexte. Pour cela, différents matériaux composites ont été formés à partir des mêmes matériaux, tant pour les fibres (carbone) que pour la matrice (PAEK) mais selon des conditions de fabrication différentes. Trois variables sont considérées : le nombre de plis, la méthode de placement automatisé des fibres ainsi que l'utilisation d'une étape de consolidation supplémentaire par autoclave. Deux tests mécaniques sont réalisés pour chacun des échantillons. Le premier est un test quasi-statique normalisé, un essai de cisaillement à faisceau court (SBS pour Short Beam Test), suivant la norme EN 2563 [3] permettant de déduire la résistance tangentielle inter-plis. Le second essai réalisé est un test d'adhésion par onde de choc laser (LASAT pour Laser Shock Adhesion Test) permettant de réaliser un essai de traction dynamique du matériau [4].

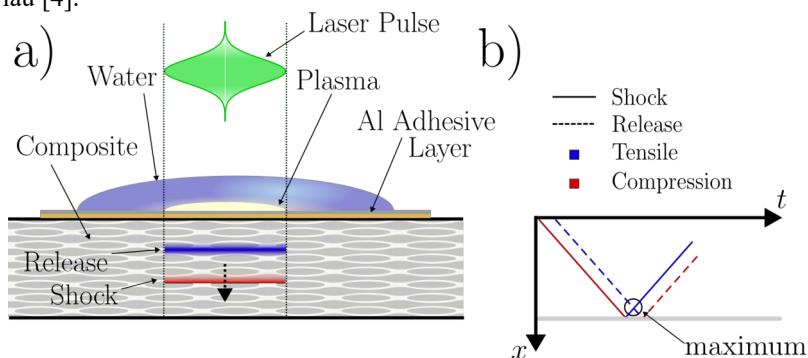


Figure 1: Schéma du LASAT

Ces deux essais fournissent des informations différentes mais complémentaires vis-à-vis des échantillons : le test SBS est indicatif d'une rupture statique de mode II tandis que le LASAT informe sur une fissuration dynamique selon le mode I. Les résultats obtenus [5] au travers de l'ensemble des échantillons, et donc des conditions de fabrication, permettent de mettre en évidence l'effet majeur de la consolidation par autoclave avec des seuils de résistance pouvant jusqu'à doubler. Ces observations sont statistiquement significatives ( $p < 0,01$ ). Le nombre de plis mais aussi le procédé de placement automatisé des fibres semblent ne pas avoir d'effet statistiquement pertinents sur les propriétés mesurées ( $p > 0,1$ ). Cette étude constitue une étape dans une démarche de caractérisation fine des seuils d'endommagement de matériaux composites thermoplastiques selon leurs conditions de fabrication, notamment en fonction du taux de déformation.

### Remerciements

Ce projet a été financé en tout ou partie par le programme d'investissement d'avenir au titre du projet RéCLasSIF ANR-23-INDF-0006.

### Références

- [1] George Marsh. Airbus takes on Boeing with reinforced plastic A350 XWB. *Reinforced Plastics*, 51(11):26–29, 2007.
- [2] Ronald Krueger and Andrew Bergan. Advances in the thermoplastic composites over three decades—a literature review. Technical report, NASA, 2024.
- [3] Série aérospatiale. Plastiques renforcés de fibres de carbone. Stratifiés unidirectionnels. Détermination de la résistance apparente au cisaillement interlaminaire. EN 2563, 1997
- [4] L. Berthe, M. Arrigoni, M. Boustie, J. P. Cuq-Lelandais, C. Broussillou, G. Fabre, M. Jeandin, V. Guipont, and M. Nivard. State-of-the-art laser adhesion test (LASAT). *Nondestructive Testing and Evaluation*, 26(3-4):303–317, 2011.
- [5] R. Delalande, J.P. Marquez Costa, Y. Rouchausse, N. Cuvillier, F. Coulouvrat, L. Berthe, L. Courapied, M. Ducouso, Evaluation of interlaminar strength of thermoplastic composites by laser-driven shock waves. *Submitted* (2026)

## Analyse locale des interactions fibre/matrice dans un composite Cf/PEEK par corrélation d'images numériques

### *Local analysis of fiber/matrix interactions in Cf/PEEK composite by digital images correlation*

**Milena Tosti Umemura<sup>1</sup>, Pascal Reynaud<sup>1</sup>, Florent Dalmas<sup>1</sup>, Didier Long<sup>1</sup>, Gilbert Fantozzi<sup>1</sup>, Thierry Douillard<sup>1</sup>, Joël Lachambre<sup>1</sup>, Jérôme Bikard<sup>2</sup>**

1 : Univ Lyon, INSA Lyon, CNRS, Université Claude Bernard Lyon 1, MATEIS, UMR5510  
69621, Villeurbanne, France

e-mail : [milena.umemura@insa-lyon.fr](mailto:milena.umemura@insa-lyon.fr) ; [florent.dalmas@insa-lyon.fr](mailto:florent.dalmas@insa-lyon.fr) ; [pascal.reynaud@insa-lyon.fr](mailto:pascal.reynaud@insa-lyon.fr) ;  
[didier.long@insa-lyon.fr](mailto:didier.long@insa-lyon.fr) ; [gilbert.fantozzi@insa-lyon.fr](mailto:gilbert.fantozzi@insa-lyon.fr) ; [thierry.douillard@insa-lyon.fr](mailto:thierry.douillard@insa-lyon.fr) ; [joel.lachambre@insa-lyon.fr](mailto:joel.lachambre@insa-lyon.fr)

2 : Syensqo

87 Avenue des Frères Perret, CS70061, 69192 Saint Fons, France  
e-mail : [jerome.bikard@syensqo.com](mailto:jerome.bikard@syensqo.com)

Les interfaces fibre-matrice dans les composites à matrice organique renforcés par des fibres longues constituent un élément déterminant de la performance mécanique globale du matériau. Elles jouent un rôle essentiel dans le transfert de charge entre le renfort et la matrice, ainsi que dans la ténacité du composite, en raison de leur influence sur les mécanismes et les trajectoires de propagation des fissures [1]. Les phénomènes gouvernant la qualité de l'interface demeurent un domaine de recherche actif, notamment dans le cas des composites à matrice thermoplastique, pour lesquels la plasticité locale de la matrice introduit une complexité supplémentaire dans l'interprétation et la modélisation des comportements observés. La caractérisation de l'interface est généralement réalisée au moyen d'essais micromécaniques, tels que les essais de microgoutte, de pull-out ou de fragmentation. Ces méthodes permettent d'évaluer la qualité de l'interface en relation avec les efforts de cisaillement à l'interface fibre-matrice, et de la quantifier à travers la résistance interfaciale au cisaillement (Interfacial Shear Strength, IFSS) [2]. Toutefois, la représentativité de l'IFSS par rapport aux propriétés interfaciales observées à l'échelle macroscopique demeure souvent discutée. Afin de mieux établir la corrélation entre la qualité des interfaces et les propriétés mécaniques observées à l'échelle d'une pièce composite macroscopique, une compréhension approfondie des champs de contrainte imposés lors des essais micromécaniques est nécessaire. En effet, une des causes possibles de la divergence entre les résultats obtenus à l'échelle microscopique et ceux relevés à l'échelle de la pièce composite réside dans la différence des champs de contrainte mis en jeu : les conditions de sollicitation lors des essais micromécaniques diffèrent des champs de contrainte réels présents dans le matériau final. Par conséquent, le développement de nouvelles méthodes de caractérisation, capables de générer des champs de contrainte plus représentatifs de ceux observés à l'échelle de la pièce composite, serait particulièrement pertinent afin d'améliorer la compréhension des effets liés à la qualité interfaciale.

Dans ce contexte, les essais de traction transverse sur des composites modèles contenant un seul filament offrent la possibilité d'appliquer à l'interface des champs de contrainte plus complexes, combinant des zones de traction, de compression et de cisaillement autour d'une même fibre. Ce type d'essai a déjà été employé par plusieurs auteurs dans la littérature [3–5]. Cependant, l'une des principales difficultés réside dans l'observation des mécanismes d'endommagement se produisant à l'échelle microscopique, ce qui requiert des méthodes de caractérisation particulièrement fines. Cette contrainte expérimentale a souvent conduit à l'utilisation de matériaux modèles comportant des fibres de diamètre supérieur à celui rencontré dans les composites usuels, afin de faciliter l'observation et l'analyse des phénomènes interfaciaux.

Martyniuk et al. ont utilisé la microtomographie synchrotron pour étudier l'endommagement interfacial dans un composite modèle fibre de verre/époxy [5]. Les fibres utilisées présentaient un diamètre d'environ 50 µm. Les auteurs ont observé que l'endommagement débute par la décohésion fibre-matrice localisée aux pôles de la fibre alignés avec l'axe de sollicitation. Par la suite, l'endommagement se propage dans l'interface jusqu'à atteindre un point où la fissure est déviée de l'interface et commence à se propager vers l'intérieur de la matrice. En poursuivant l'augmentation de la contrainte appliquée, l'endommagement évolue ensuite le long de l'axe de la fibre, en direction de l'intérieur de l'échantillon. Montgomery et al. ont employé la corrélation d'images numériques appliquée à des images obtenues par microscopie électronique à balayage afin d'analyser les champs de déformation autour d'une fibre de verre unique, d'environ 20 µm de diamètre, incorporée dans une matrice époxy soumise à une traction transversale [3]. Les auteurs ont mis en évidence un décollement progressif à l'interface fibre-matrice, suivi de l'amorçage d'une fissure se propageant dans la matrice.

Dans la présente étude, l'endommagement interfacial a été analysé sur un composite modèle constitué d'une seule fibre de carbone de diamètre standard, de l'ordre de 5 µm, incorporée dans une matrice à base de polymère thermoplastique polyétheréthercétone (PEEK). L'objectif est d'observer et de caractériser les mécanismes d'endommagement ayant lieu à l'interface fibre-matrice et à son voisinage pour ce type de matériau lorsqu'il est soumis à un chargement en traction

transverse. Quatre types de fibres de carbone, différant par leur rugosité et leur chimie de surface, ont été étudiés afin d'obtenir des qualités d'interface variées et de mieux comprendre l'influence de ces paramètres sur les propriétés interfaciales. L'endommagement a été suivi par des essais de traction transverse réalisés in situ sous microscopie électronique à balayage (MEB), permettant une observation directe et localisée de l'évolution des zones interfaciales. A cet effet un mouchetis très fin réalisé avec des nanoparticules d'or a été déposé à la surface des échantillons polis au préalable perpendiculaire à l'axe de la fibre par polissage ionique. Ceci a permis, dans un second temps de réaliser des corrélations d'images numériques au voisinage de la fibre de carbone et déterminer ainsi des champs de déplacement très locaux.

Ces essais ont ainsi mis en évidence les premiers signes d'endommagement interfacial apparaissant lors des essais de traction transverse en fonction de la qualité de l'interface et des propriétés de la matrice. Les observations ont révélé plusieurs mécanismes successifs : la décohésion fibre-matrice, la propagation de la zone endommagée autour de la fibre le long de l'interface, la formation de fissures déviées vers la matrice, puis la propagation de ces fissures au sein de la matrice. Les images résultantes de ces essais ont été analysées par corrélation d'image numérique, permettant l'estimation du champ de déformation locale autour de la fibre. Un exemple de résultat obtenu est présenté sur la Fig. 1, où il est possible d'observer l'apparition du champ de déformation dès le début de sollicitation de l'échantillon, ainsi que le développement de ce champ durant l'essai. La corrélation d'image a permis une analyse quantitative affinée du champ de déplacement et de déformation développé dans le voisinage immédiat de la fibre.

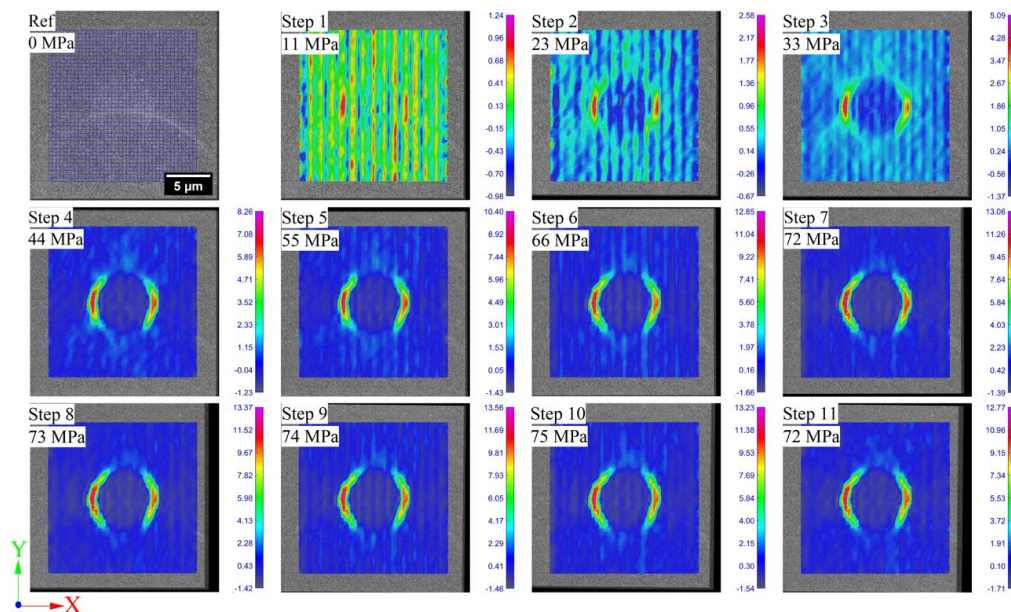


Fig. 1. Evolution du champ de déformation obtenu par corrélation d'image numérique d'un échantillon monofilament soumis à différentes contraintes longitudinales dans un essai de traction transverse. Contrainte appliquée dans l'axe « x », valeurs de déformation en « % ».

## Références

- [1] Huang S. et al. « Characterization of interfacial properties between fibre and polymer matrix in composite materials – A critical review ». *J. Mater. Res. Technol.* Juillet 2021. Vol. 13, p. 1441-1484. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.05.076> >
- [2] Herrera-Franco P. J., Drzal L. T. « Comparison of methods for the measurement of fibre/matrix adhesion in composites ». *Composites*. 1992. Vol. 23, n°1, p. 2-27. Disponible sur : < [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/0010-4361\(92\)90282-Y](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/0010-4361(92)90282-Y) >
- [3] Montgomery C. B., Koohbor B., Sottos N. R. « A Robust Patterning Technique for Electron Microscopy-Based Digital Image Correlation at Sub-Micron Resolutions ». *Exp. Mech.*. 15 septembre 2019. Vol. 59, n°7, p. 1063-1073. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1007/s11340-019-00487-2> >
- [4] Girard H. et al. « Comparison between 2D and 3D fiber-matrix debonding simulation for inverse identification of interface fracture properties ». 2024.
- [5] Martyniuk K. et al. « 3D in situ observations of glass fibre/matrix interfacial debonding ». *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* 2013. Vol. 55, p. 63-73. Disponible sur : < <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2013.07.012> >

## Caractérisation mécanique multi-échelle de l'interface fibre/matrice de composites renforcés de fibres végétales

### *Multi-scale mechanical characterization of the fiber/matrix interface in plant fiber-reinforced composites*

Florian Boutenel<sup>1</sup>, Israà Arafat<sup>1</sup>, Adam Leveziel<sup>1</sup>, Vincent Placet<sup>1</sup>

<sup>1</sup> : Institut FEMTO-ST

Université Marie et Louis Pasteur, SUPMICROTECH, CNRS

24 rue de l'Épitaphe, F-25000 Besançon

e-mail : [florian.boutenel@femto-st.fr](mailto:florian.boutenel@femto-st.fr), [israa.arafat@femto-st.fr](mailto:israa.arafat@femto-st.fr), [adam.leveziel@femto-st.fr](mailto:adam.leveziel@femto-st.fr) et [vincent.placet@femto-st.fr](mailto:vincent.placet@femto-st.fr)

En lien avec la transition écologique et énergétique, les fibres issues de plantes annuelles constituent des candidats majeurs pour remplacer les renforts synthétiques dans les composites structuraux et multifonctionnels de demain [1]. En outre, la performance mécanique globale du matériau est conditionnée par la qualité de l'interface fibre/matrice [2]. En effet, le transfert d'efforts s'effectue localement entre les fibres et la matrice, où des interactions physico-chimiques complexes ont également lieu. Autrement dit, l'interface fibre/matrice doit être caractérisée aux petites échelles pour mieux comprendre les phénomènes qui s'y déroulent [3]. Dans la finalité de pouvoir prédire et optimiser les propriétés mécaniques ainsi que la durabilité des composites renforcés de fibres végétales, il convient donc d'adopter une approche multi-échelle afin de corréler le comportement mécanique local de l'interface aux propriétés globales du matériau. Dans cette étude, des échantillons composites unidirectionnels, associant des fibres de lin (FlaxTape™, Ecotechnilin, France) à une matrice époxy partiellement biosourcée (résine SRGreenPoxy 56 et durcisseur SD 7561, Sicomin, France) et mis en œuvre par thermocompression, ont été caractérisés mécaniquement à différentes échelles (Fig. 1).

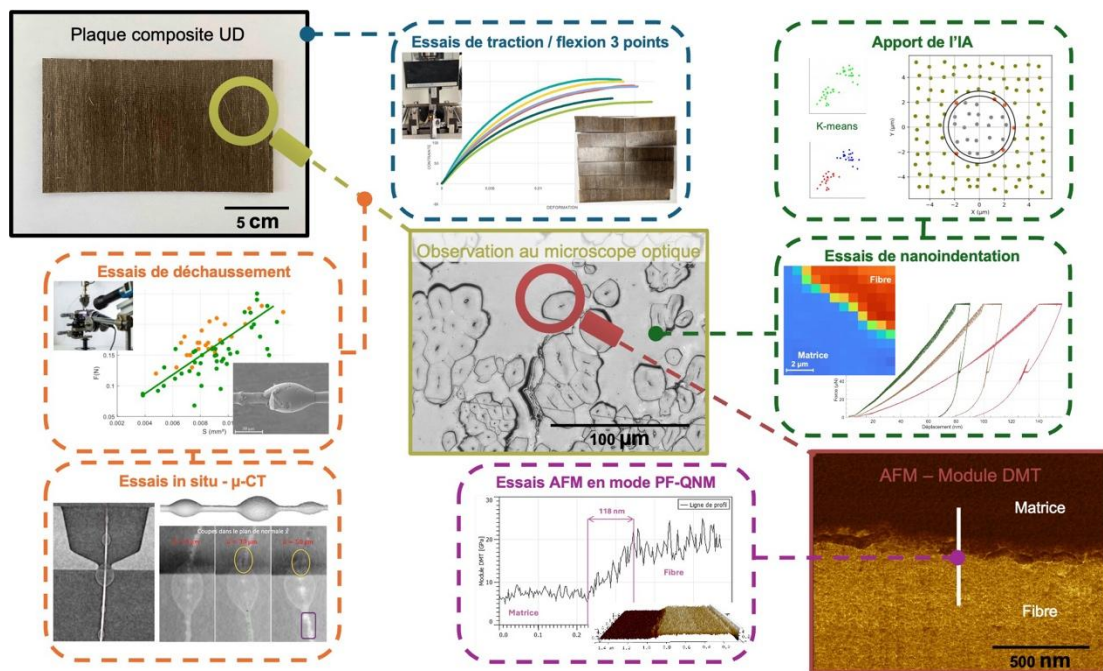


Fig. 1. Approche multi-échelle du comportement mécanique de l'interface fibre/matrice d'un composite lin/époxy

Tout d'abord, des essais de traction et de flexion 3 points ont confirmé que les propriétés macroscopiques du composite ne peuvent pas être correctement estimées en composant uniquement avec celles des fibres et de la matrice. Ainsi, l'interface doit être caractérisée afin de prendre en compte sa contribution dans la réponse globale du matériau. À ce titre, plusieurs techniques expérimentales ont été mises en place pour investiguer l'interface d'un point de vue mécanique à différentes échelles fines. Parmi elles, des essais de déchaussement de microgouttes sur fibre élémentaire ont permis de déterminer la résistance mécanique au cisaillement interfacial (IFSS) [4]. En outre, un dispositif original a été conçu de

sorte à réaliser cet essai de manière in situ dans un tomographe à rayons X [5]. Ceci a permis d'observer, en temps réel, aussi bien les déformations que les mécanismes conduisant à la séparation fibre/matrice [6]. En parallèle, les propriétés élastiques locales ont été évaluées grâce à des essais de nanoindentation. Cependant, bien que les méthodes d'intelligence artificielle constituent des outils d'aide à l'analyse des résultats [7], cette technique expérimentale présente certaines limites (artéfacts de mesure, erreurs d'interpolation, etc.) pour pouvoir rendre compte finement des gradients de propriétés entre la fibre et la matrice. De ce fait, des essais AFM en mode Peak Force-QNM ont été réalisés pour une exploration nanomécanique de l'interface [8]. L'exploitation des cartographies quantitatives du module élastique au niveau de l'interface a mis en évidence une zone de transition, ou interphase, ultrafine d'une épaisseur de l'ordre de 40 à 120 nm [9].

Ces derniers résultats révèlent que, contrairement aux composites conventionnels où une couche organique distincte et relativement épaisse (ensimage) permet de lier la matrice organique aux fibres inorganiques, l'interface forte dans les composites biosourcés résulte principalement des liaisons chimiques locales existant entre les deux constituants organiques (fibre et matrice). Par conséquent, pour pouvoir comprendre pleinement les interactions interfaciales locales, une approche multi-physique, incluant, par exemple, de la spectroscopie infrarouge, doit être menée [10].

En conclusion, les résultats obtenus dans cette étude contribuent à une démarche de modélisation numérique visant à prendre en compte la contribution de l'interface dans la réponse globale du composite. Son comportement mécanique pourra ainsi être mieux prédit, ouvrant la voie à une pleine exploitation du potentiel de ces matériaux biosourcés. Par ailleurs, les techniques expérimentales mises en œuvre dans ces travaux peuvent être déployées dans des environnements spécifiques, par exemple hygrothermiques, afin d'étudier l'effet du vieillissement de l'interface sur la durabilité du composite.

## Remerciements

Ces travaux ont été soutenus financièrement par SUPMICROTECH, le CNRS, la Région Bourgogne-Franche-Comté ainsi que la Graduate School EIPHI (ANR-17-EURE-0002) et ont bénéficié d'une aide de l'État gérée par l'ANR au titre de France 2030 (ANR-22-PERE-0005). Les auteurs remercient l'ensemble des personnes ayant concouru à cette étude, dont Fabien Amiot, Lamine Boubakar, Guillaume Colas, Xavier Gabrion, Yves Gaillard, Emmanuel Ramasso, Sofyan Tahri et Sébastien Thibaud.

## Références

- [1] A. Bourmaud, *et al.* « Towards the design of high-performance plant fibre composites », *Progress in Materials Science*, Vol. 97, pp. 347-408, 2018.
- [2] S. Huang, *et al.* « Characterization of interfacial properties between fiber and polymer matrix in composite materials—A critical review », *Journal of Materials Research and Technology*, Vol. 13, pp. 1441-1484, 2021.
- [3] F. Boutenel, *et al.* « Caractérisation aux petites échelles de l'interface fibre/matrice de matériaux composites biosourcés », in : Congrès des Jeunes Chercheurs en Mécanique, en ligne, 2023.
- [4] A. Leveziel, *et al.* « Vers une meilleure compréhension de l'essai de déchaussement de microgouttes sur fibre élémentaire », in : Journées Nationales sur les Composites, Gif-sur-Yvette, 2025.
- [5] A. Leveziel, *et al.* « Vers la conception d'un essai de déchaussement de microgoutte in-situ dans un tomographe à rayons X », in : Congrès des Jeunes Chercheurs en Mécanique, en ligne, 2024.
- [6] A. Leveziel, *et al.* « Suivi de déformations lors d'essais de déchaussement de fibre unitaire in situ par tomographie à rayons X », in : Congrès Français de Mécanique, Metz, 2025.
- [7] F. Boutenel, *et al.* « Apport de l'apprentissage non supervisé à l'analyse des résultats de nanoindentation : Identification de l'interphase fibre/matrice dans un matériau composite à partir des valeurs de module élastique », in : Colloque Indentation, Besançon, 2025.
- [8] I. Arafat, *et al.* « Interphase des composites biosourcés : Exploration nanomécanique par AFM PF-QNM », in : Colloque Indentation, Besançon, 2025.
- [9] I. Arafat, *et al.* « Cartographie quantitative du module d'élasticité, au niveau de l'interface fibre/matrice d'un composite lin/époxy, obtenue par AFM en mode Peak Force », in : Journées Nationales sur les Composites, Gif-sur-Yvette, 2025.
- [10] I. Arafat, *et al.* « Caractérisation multi-physique de l'interface fibre-matrice de matériaux composites biosourcés », in : Congrès des Jeunes Chercheurs en Mécanique, en ligne, 2024.

## Caractérisation en mode II de l'interface adhésif/substrat dans les assemblages collés métal/composite

Mode II characterization of the adhesive/substrate interface in metal/composite bonded assemblies

Leyne Demoulin<sup>1</sup>, Maria Letizia Raffa<sup>1</sup>, Nathan Carpentier<sup>1</sup>, Tony Da Silva Botelho<sup>1</sup>, Olga Klinkova<sup>1</sup>

<sup>1</sup> : Laboratoire EULER, ISAE-Supméca

3 rue Fernand Hainaut, 93400 Saint-Ouen-sur-Seine

e-mail : [leyne.demoulin@isae-supmeca.fr](mailto:leyne.demoulin@isae-supmeca.fr), [maria-letizia.raffa@isae-supmeca.fr](mailto:maria-letizia.raffa@isae-supmeca.fr), [nathan.carpentier@isae-supmeca.fr](mailto:nathan.carpentier@isae-supmeca.fr), [tony.dasilva@isae-supmeca.fr](mailto:tony.dasilva@isae-supmeca.fr), [olga.klinkova@isae-supmeca.fr](mailto:olga.klinkova@isae-supmeca.fr)

Le collage structurel est utilisé dans les industries du transport automobile et aéronautique pour la capacité d'assurer une continuité mécanique tout en limitant le poids des assemblages [1], par rapport aux assemblages mécaniques (type rivetage ou boulonnage).

Pour la prédiction de la durée de vie et des performances en service des assemblages collés métal/composite, il est primordial de prendre en compte le comportement des interfaces adhésif/substrats : en effet la microrugosité due au traitement de surface des adhérents et la zone de contact, jouent un rôle crucial sur la qualité de l'ancrage de l'adhésif [2]. Ces interfaces sont également une voie préférentielle pour la diffusion de l'eau par capillarité et la cinétique de sorption à l'interface peut être différente de celle observée dans le polymère volumique [3]. De plus, la vitesse de dégradation dépendrait de la cinétique de diffusion (avancement du front de concentration critique) depuis le bord du joint vers le cœur de l'assemblage, et serait d'autant plus rapide que l'humidité et la température sont élevées [4]. Enfin, les défauts à l'interface (microcavités) peuvent également constituer des zones de condensation d'eau. Ces défauts, ajoutés au gonflement différentiel de l'adhésif et des substrats, entraînent des gradients de concentration et une pression osmotique élevée entre l'interface et le joint. L'accumulation d'eau très localisée qui en résulte peut entraîner une rupture adhésive (décohésion à l'interface, Fig. 1) [5]. L'étude de l'humidité est très importantes dans le cas des assemblages collés si ils sont soumis aux conditions climatiques.

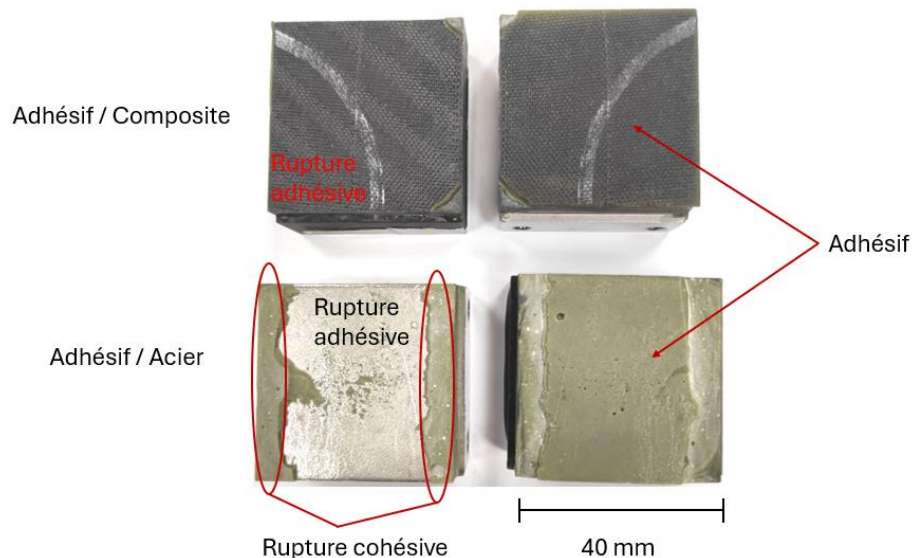


Fig. 1. Facies de rupture adhésive dans un assemblage acier/CFRP (polymère renforcé de fibres de carbone) [6]

Ce travail expérimental se propose de caractériser les interfaces entre un adhésif structural à base d'époxy et des substrats métalliques et composites, sous une sollicitation en mode II, pour différentes conditions d'hygrométrie et de taux de porosité du joint adhésif. Pour ce faire, les assemblages collés (adhésif/substrat métallique et adhésif/substrat composite) sont préparés selon un protocole original permettant de minimiser la porosité initiale naturelle du joint de

colle et d'induire une porosité contrôlée [6]. Les échantillons sont ensuite vieillis pour attendre différentes conditions d'humidité relative comprise entre 40 et 100%.

Des essais de flexion 3 points sont effectuées selon la norme ISO 14679 [7]. Cette méthode expérimentale, développée par Roche [8], est adaptée dans le cas des substrats rigides (à la différence de l'essai de pelage [9]) et elle a l'avantage de solliciter une seule interface, contrairement au test ENF (End-Notched-Flexure) plus classique, mais qui sollicite le volume d'adhésif et potentiellement les deux interfaces adhésif / substrat. L'humidité est contrôlée à l'aide d'une enceinte climatique.

Les résultats de cette étude expérimentale aident à comprendre le comportement de l'interface adhésif/substrat et donc à prédire la tenue en service des assemblages collés. De plus, l'étude de l'impact de la porosité du joint adhésif sur la rupture adhésive est une nouveauté de cette recherche. Ces résultats seront ensuite utiles pour alimenter des modèles d'interface, tels que les lois d'interface imparfaite ou les modèles à zones cohésives.

## Remerciements

Ce travail a été financé dans le cadre du projet ASHENDO de l'Agence Nationale de la Recherche (ANR-22-CE08-0002).

## Références

- [1] L. Lilleheden, « Mechanical properties of adhesives situ and in bulk », *Int. J. Adhes. Adhes.* Vol. 14 n° 1, pp. 31-37, 1993.
- [2] J. Fan, A. P. Vassilopoulos, et V. Michaud, « Mode I fracture of thick adhesively bonded GFRP composite joints for wind turbine rotor blades », *Compos. Struct.* Vol. 327, pp. 117705, 2024.
- [3] M. P. Zanni-Deffarges, M. E. R. Shanahan, « Diffusion of water into an epoxy adhesive: comparison between bulk behaviour and adhesive joints », *Int. J. Adh. Adhes.* Vol.15 n° 3, pp.137-142, 1995.
- [4] S. Popineau, M. E. Shanahan, « Simple model to estimate adhesion of structural bonding during humid ageing », *Int. J. Adh. Adhes.* Vol. 26 n° 5, pp. 363-370, 2006.
- [5] S. Bistac, M. F Vallat, J. Schultz, « Durability of steel/polymer adhesion in an aqueous environment ». *Int. J. Adh. Adhes.* Vol. 18 n° 5, pp. 365-369, 1998.
- [6] N. Carpentier « Analyse hygromécanique de l'endommagement des assemblages métal/composite : modélisation et expérimentation à la micro/méso-échelle », Ph.D. thesis, CY Cergy Paris Université, 2026.
- [7] AFNOR, *ISO 14769:1997*, 1997.
- [8] A. Roche, F. Gaillard, M. Romand, M. Von Fahnstock, « Metal-adhesive bonded systems: Adhesion measurement using a three point flexure test », *J. Adhes. Sci. Technol.* Vol. 1 n° 1, pp. 145- 157, 1987.
- [9] M. D. Bartlett, S. W. Case, A. J. Kinloch, D. A. Dillard, « Peel tests for quantifying adhesion and toughness: A review », *Prog. Mater. Sci.* Vol. 137, pp. 101086, 2023.

## Caractérisation de l'adhérence métal-élastomère - Discussion sur la notion de $G_c$ Cas des fils de renforts laitonnés pour pneumatique caractérisation au moyen du RCAIT

### *Characterization of Metal-Elastomer Adhesion – Discussion on the Concept of $G_c$ Case of Brass-Coated Tire Reinforcement Wires Characterized Using the RCAIT Method*

Pierre-Yves Corbel<sup>1</sup>, Julien Jumel<sup>2</sup>

1 : PMMH

CNRS, ESPCI, Sorbonne Université, Université Paris Cité  
Adresse, 7 quai saint bernard, barre Cassan, 75005 Paris  
e-mail : pierre-yves.corbel@espci.fr

2 : IRDL

CNRS, ENSTA-IP Paris, Université Bretagne Sud, Université Bretagne Occidentale, ENIB  
2 rue François Verny, 29200, Brest  
e-mail : julien.jumel@ensta.fr

Obtenir une adhésion adéquate entre élastomères et substrat rigide est une problématique commune à de nombreuses applications industrielles, qu'il s'agisse des propergols, du verre feuilleté ou encore des gommés renforcées notamment celles composant les pneumatiques. Ainsi que pour tout composite, les performances globales du système résultent d'un équilibre délicat entre performances adhésives aux interfaces et propriétés cohésives des matériaux. Des contraintes réglementaires environnementales et HSE ont conduits à des bouleversements importants conduisant à un retrait progressif de nombreuses substances et/ou procédés historiques notamment employés dans le domaine du collage et des systèmes adhésifs. Des systèmes développés jusqu'alors de façon relativement empirique se voient aujourd'hui substitués par des nombreux matériaux et procédés qui doivent désormais s'appuyer sur des démarches rationnelles pour effectuer des choix et permettre leur optimisation. Dans ce cadre, la caractérisation rigoureuse des performances adhésives ou plus spécifiquement du comportement mécanique des interfaces reste un sujet ouvert, qu'il s'agisse de façon très macroscopique de la définition de protocole de tests « universels » ou plus spécialisés pour caractériser l'adhésion, ou de façon plus fondamentale de la définition du cadre théorique qui permette de définir le(s) paramètre(s) adéquat(s) caractérisant les performances adhésives entre deux milieux. En particulier, la nature et la quantification du taux de restitution d'énergie critique qui contrôle la décohésion des interfaces adhésives mérite d'être examiné en détail de part son utilisation généralisée tant pour la comparaison des performances adhésives des systèmes que parce que cette quantité est très utilisée en dimensionnement et modélisation.

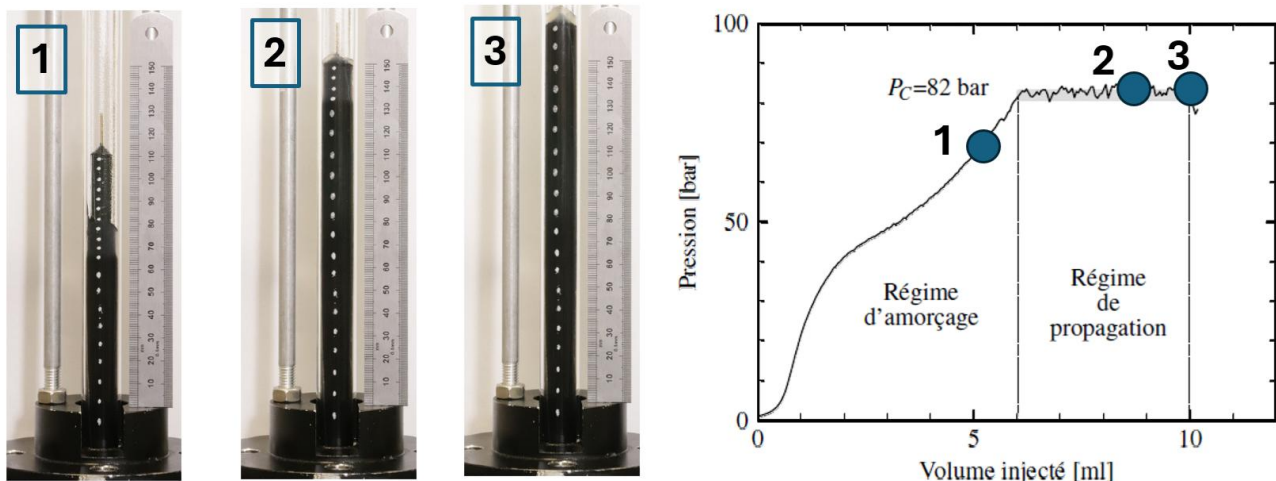


Fig. 1. Illustration du Rubber Cord Adhesion Inflation test

Cette problématique sera illustrée à travers la présentation du Rubber Cords Adhesion Inflation Test (RCAIT) [1,2] qui a été proposé pour caractériser l'adhésion entre un renfort métallique unitaire dans une matrice élastomère. Ce système est représentatif de ceux employés pour obtenir la nappe carcasse des pneumatiques, mais le test peut être adapté à toute

configuration similaire. Ce test assez spécifique consiste à injecter un fluide sous pression à l'interface entre une enveloppe cylindrique de gomme et un renfort sous forme de fil sur lequel elle adhère. L'éprouvette est placée dans un tube de confinement de façon à prévenir la rupture de l'enveloppe et favoriser la propagation d'une décohésion sens fil. Une propagation autosimilaire est alors observée ce qui facilite l'établissement d'un bilan énergétique rigoureux permettant de quantifier à partir des données expérimentales mesurées le taux de restitution d'énergie critique global qui gouverne la propagation de la rupture.

Après une brève présentation du test (principe, fonctionnement, analyse élémentaire) [3], nous présenterons une série d'évolutions proposées autour de ce test illustrant la difficulté non pas à quantifier mais à analyser la nature du taux de restitution d'énergie critique. Outre la prise en compte d'artefact expérimentaux [4] et les difficultés d'ordre expérimentales, nous discuterons des limites associées à une seule modélisation cohésive du processus de rupture [5]. Ainsi, malgré les efforts engagés pour isoler les propriétés intrinsèques de l'interface fil/élastomère, force est de constater que le taux de restitution d'énergie mesuré reste une quantité globale et non intrinsèque de l'interface et par ailleurs lié très fortement aux processus dissipatifs de l'enveloppe élastomère et non de l'interface rompue [6,7]. Ces conclusions peuvent être généralisées à nombre de système adhésifs (cf. collage, adhésion renfort - matrice dans les composites) et dès lors il convient d'être vigilant quant à l'emploi de cette quantité dans la modélisation des systèmes adhésifs.

## Remerciements

Nous remercions le Dr Thierry Rey, ingénieur au centre de recherche de Ladoux de Michelin S.A. pour son accompagnement technique, la production des éprouvettes supports de ce travail.

## Références

- [1] Kane, K., Jumel, J., Lallet, F., Mbiakop-Ngassa, A., Vacherand, J. M., & Shanahan, M. E. R. (2019). A novel inflation adhesion test for elastomeric matrix/steel cord. *International Journal of Solids and Structures*, 160, 40-50.
- [2] Kane, K., Jumel, J., Lallet, F., Mbiakop-Ngassa, A., Vacherand, J. M., & Shanahan, M. E. R. (2020). Experimental study of the rubber cord adhesion inflation test. *Engineering Fracture Mechanics*, 224, 106783.
- [3] Corbel, P. Y., Jumel, J., Kane, K., & Mbiakop-Ngassa, A. (2022). Refined crack propagation methodology and energy balance analysis in the Rubber Cord Adhesion Inflation Test. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 119, 103243.
- [4] Corbel, P. Y., & Jumel, J. (2024). Rubber cord adhesion inflation test: Influence of envelope/confinement friction. *Engineering Fracture Mechanics*, 298, 109919.
- [5] Corbel, P. Y., & Jumel, J. (2023). Simulation of fluid driven crack propagation along metal/elastomer interface- Application to the numerical analysis of the rubber cord adhesion inflation test. *Mechanics of Materials*, 185, 104774.
- [6] Corbel, P. Y., & Jumel, J. (2024). Characterization of the interface fracture energy dependency on mixed mode fracture between rigid fiber and soft matrix. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 190, 105745.
- [7] Corbel, P. Y., & Jumel, J. (2025). Impact of pre-softening on rubber adhesion. *Composites Part B: Engineering*, 112534.

## Évolution de l'interface de rupture d'un composite CF/PPS réparé : étude expérimentale en mode I sous sollicitation quasi-statique et en fatigue.

### *Experimental study of the evolution of the fracture interface of a repaired CF/PPS composite under Mode I quasi-static and fatigue loading.*

**Mathilde Conan<sup>1</sup>, Mael Arhant<sup>2</sup>, Thomas Bonnemains<sup>3</sup>, Éric Lolive<sup>3</sup>, Nicolas Carrère<sup>1</sup>**

1 : Institut de Recherche Dupuy de Lôme - UMR CNRS 6027  
ENSTA – Institut Polytechnique de Paris  
2 rue François Verny, 29200 Brest  
[mathilde.conan@ensta.fr](mailto:mathilde.conan@ensta.fr) et [nicolas.carrere@ensta.fr](mailto:nicolas.carrere@ensta.fr)

2 : Laboratoire Structures, Matériaux Avancés et Sollicitations Hyperbares  
IFREMER  
1625 route de Saint Anne, 29280 Plouzané  
[mael.arhant@ifremer.fr](mailto:mael.arhant@ifremer.fr)

3 : Institut de Recherche Dupuy de Lôme - UMR CNRS 6027  
Université de Bretagne Occidentale  
12 rue de Kergoat, 29200 Brest  
[thomas.bonnemains@univ-brest.fr](mailto:thomas.bonnemains@univ-brest.fr) et [eric.lolive@univ-brest.fr](mailto:eric.lolive@univ-brest.fr)

L'utilisation croissante des composites à matrice thermoplastique permet aujourd'hui de répondre aux exigences de compromis entre allègement, durabilité et réparabilité des structures haute performance. Les composites en fibre de carbone et polysulfure de phénylène (CF/PPS), par exemple, possèdent une ténacité interlaminaire élevée d'environ 1kJ/m<sup>2</sup> pour 35 % de cristallinité [1] et peuvent être soudés par fusion [2], ce qui les rend particulièrement adaptés aux applications structurelles soumises à des endommagements.

L'objectif de cette étude est d'évaluer expérimentalement les propriétés interfaciales d'un composite CF/PPS endommagé en mode I, avant et après réparation. Contrairement aux composites thermodurcissables, les thermoplastiques permettent la reptation des chaînes macromoléculaires au-dessus de la température de fusion, ce qui favorise la cicatrisation de la fissure sans apport de matière externe ni préparation complexe de la surface [3].

Des caractérisations mécaniques ont été réalisées sur éprouvettes DCB, en conditions statiques (via l'intégrale J proposée par Rice [4], adaptée aux comportements élasto-plastiques) et en fatigue (à l'aide d'une méthode originale permettant un contrôle à  $\Delta G$  constant [5]), avant et après réparation. Le protocole de réparation utilisé dans cette étude consiste à refermer les bras de l'éprouvette endommagée, puis à appliquer un cycle thermique identique à celui de la fabrication initiale, dans un moule métallique sur mesure assurant le maintien des dimensions et de la planéité. Ce procédé favorise la cicatrisation de l'interface sans ajout de matière ni traitement de surface préalable.

Les résultats des essais statiques montrent une chute de la ténacité  $J_{IC}$  d'environ 12 % après une réparation et 16 % après deux réparations (voir Tab 1).

|           | $J_{IC}$ Initiation (J/m <sup>2</sup> ) | $J_{IC}$ Propagation (J/m <sup>2</sup> ) |
|-----------|-----------------------------------------|------------------------------------------|
| Vierge    | 644 ± 36                                | 768 ± 47                                 |
| 1x réparé | 554 ± 54                                | 672 ± 43                                 |
| 2x réparé | 489 ± 48                                | 642 ± 46                                 |

Tab 1 : Taux de restitution d'énergie critique à l'initiation et à la propagation pour 10 éprouvettes

Afin de mieux comprendre les mécanismes à l'origine de cette chute de la ténacité, plusieurs techniques de caractérisation complémentaires ont été utilisées pour analyser l'évolution de la microstructure de la zone fissurée. L'étude a porté à la fois sur la réparation structurelle, à l'aide de techniques d'imagerie (microscopie électronique à balayage, tomographie RX, profilométrie et microscopie optique, voir Figure 1), et sur les modifications liées à la physico-chimie du polymère, notamment à travers l'analyse du taux de cristallinité avant et après réparation. Les résultats de micrographie transversale

révèlent (voir Fig. 1) une fine couche d'environ  $\sim 26 \mu\text{m}$  observable à l'interface réparée. Il est possible de supposer que la fissure va propager dans une zone plus riche en résine après réparation, modifiant le mode de rupture initial.



Fig. 1: micro-coupes transverses de trois éprouvettes dans un état vierge et après une ou deux réparations, la zone d'observation se situe au niveau de l'interface de fissuration.

La présentation mettra en évidence le potentiel de réparation des composites thermoplastiques CF/PPS par refusion, tout en soulignant la modification de la zone fissurée après réparation. L'interface sera caractérisée à trois niveaux d'endommagement : sur des éprouvettes vierges, réparées une fois et réparées deux fois, afin de répondre complètement à la question de la baisse des propriétés mécaniques. Pour compléter cette étude, les résultats d'essais de fatigue seront également présentés. L'ensemble de ces travaux ouvre la voie à l'optimisation des procédés de réparation intégrée pour les structures composites thermoplastiques, dans une perspective de durabilité et de prolongation de la durée de vie des composants. Ils montrent également l'importance de caractériser les zones d'interfaces dans les matériaux composites.

## Remerciements

Ce travail s'inscrit dans un projet de recherche sur la réparation des composites en fin de vie, financé par l'Agence de l'innovation de défense.

## Références

- [1] F. Sacchetti, W. Grouve, L. Warnet, I. Fernandez Villegas, « Effect of cooling rate on the interlaminar fracture toughness of unidirectional Carbon/PPS laminates », *Engineering Fracture Mechanics*, Vol 203, pp. 126-136, 2018.
- [2] F. Sanders, M. Van Beurden, G. Palardy, I. Villegas, « Zero-flow: a novel approach to continuous ultrasonic welding of CF/PPS thermoplastic composite plates », *Advanced Manufacturing: Polymer and Composite Science* Vol. 2, pp. 83-92, 2016.
- [2] JR. Rice, « A path independent integral and the approximate analysis of strain concentration by notches and cracks », *Journal of Applied Mechanics*, Vol. 35, pp. 379–386, 1968.
- [3] HJ. Kim, KJ. Lee, HH. Lee, « Healing of fractured polymers by interdiffusion », *Polymer*, Vol. 37, pp. 4593–7, 1996
- [4] M. Manca, C. Berggreen, LA. Carlsson, « G-control fatigue testing for cyclic crack propagation in composite structures », *Engineering Fracture Mechanics*, 149, 375-386, 2015.

# Vieillissement des interfaces

## Evaluation de différentes conditions de vieillissement sur le comportement d'un assemblage collé métal-métal en mode II

### *Assessment of different ageing conditions on the behaviour of a steel-to-steel bonded assembly in mode II*

Arij FAWAZ<sup>1,2</sup>, Emilie LEPRETRE<sup>1</sup>, Xavier CHAPELEAU<sup>2</sup>, Jean-François DAVID<sup>1</sup>, Sylvain CHATAIGNER<sup>1</sup>

1 : MAST, SMC

Université Gustave Eiffel

Allée des Ponts et Chaussées, 44 344 Bouguenais, France

e-mail : [arij.fawaz@univ-eiffel.fr](mailto:arij.fawaz@univ-eiffel.fr), [emilie.lepretre@univ-eiffel.fr](mailto:emilie.lepretre@univ-eiffel.fr), [jean-francois.david@univ-eiffel.fr](mailto:jean-francois.david@univ-eiffel.fr) et [sylvain.chataigner@univ-eiffel.fr](mailto:sylvain.chataigner@univ-eiffel.fr)

2 : COSYS, SII-I4S

Université Gustave Eiffel, Inria

Allée des Ponts et Chaussées, 44 344 Bouguenais, France

e-mail : [xavier.chapeleau@univ-eiffel.fr](mailto:xavier.chapeleau@univ-eiffel.fr)

Le collage structural est de plus en plus utilisé dans divers secteurs industriels, notamment dans le domaine de la réparation et du renforcement des structures de génie civil et du domaine offshore. Cette technique est une alternative aux méthodes traditionnelles d'assemblage telles que le soudage ou le boulonnage, grâce aux avantages qu'elle offre : répartition homogène des contraintes mécaniques, réduction du poids des structures, absence de corrosion dans le cas de renforts composites, travail à froid (indispensable pour certaines structures) et rapidité d'exécution. Toutefois, l'utilisation des assemblages collés pour des applications structurales reste limitée en raison d'un manque de connaissance sur le sujet de leur durabilité, qu'elle soit environnementale, mécanique ou couplée. La question de la durabilité est souvent abordée via des investigations de vieillissement accéléré sur éprouvettes de résine structurale massique. Ce type d'investigation nie cependant le rôle des interphases dans les cinétiques et mécanismes de dégradation [1, 2] et ne permet donc pas de conclure sur la durabilité de l'assemblage collé.

Dans le cadre de l'étude présentée, nous nous sommes intéressés au développement d'une méthodologie d'évaluation de la durabilité d'un joint collé métal-métal à l'échelle d'un assemblage représentatif. Les vieillissements étudiés ont été l'immersion (vieillissement hydrique), le chargement constant (vieillissement mécanique sous fluage) et la situation couplée (vieillissement hygro-mécanique). La méthodologie utilisée a reposé sur (1) le développement d'un nouveau concept d'éprouvettes adaptée aux vieillissements étudiés et à un test de caractérisation mécanique choisi pour cette étude, (2) la mise en vieillissement dans les différents environnements envisagés et (3) la réalisation de campagnes expérimentales de caractérisation du comportement du joint collé à l'état initial et après différentes durées de vieillissement. La mécanique élastique linéaire de la rupture a été utilisée pour le suivi des propriétés de l'assemblage collé, notamment la ténacité en mode II (mode de cisaillement), et la loi de zone cohésive correspondante.

Le nouveau concept d'éprouvettes utilisées pour cette étude sera présenté en première partie (1). Il permet tout d'abord de réaliser des vieillissements mécaniques en fluage (avec ou sans vieillissement hydrique) à l'aide d'un bâti de flexion 4 points. Ce bâti a été spécialement conçu pour mettre en sollicitation constante l'interface collée par flexion à des niveaux représentatifs des niveaux de contrainte rencontrés sur site. Le nouveau concept d'éprouvettes permet ensuite de réaliser des essais de caractérisation de type ELS (End-Loaded-Split) [3]. Ce type d'essai, reconnu pour favoriser une propagation stable de fissure [4,5], permet de mesurer la résistance à rupture du joint de colle. Le nouveau concept a été comparé à des géométries d'éprouvettes classiquement utilisées pour l'essai ELS [6].

La seconde partie de la présentation décrira les protocoles de vieillissement investigués (2). Afin d'accélérer les mécanismes de dégradation, l'ensemble des vieillissements a été réalisé à une température de 50°C. Il a été vérifié que cette température était largement inférieure à la température de transition vitreuse de l'adhésif afin de ne pas perturber les mécanismes. Quatre conditions de vieillissements différentes ont été analysées : le vieillissement dit « physique », le vieillissement immergé dans l'eau distillée, le vieillissement sous fluage seul, et le vieillissement en situation couplée (fluage et immersion). Pour les deux dernières conditions de vieillissement, un bâti de fluage spécifique a été développé, conçu et validé afin de réaliser l'ensemble des investigations [7].

Enfin, la troisième partie de la présentation décrira les résultats qui ont été obtenus au cours du vieillissement (3). La méthodologie de réalisation des essais sera précisément décrite. La détermination de la ténacité en mode II et du modèle de zone cohésive (MZC) s'appuie sur une méthodologie inspirée de [8, 9]. La localisation initiale (après pré-fissuration) et la propagation de la fissure au cours de l'essai ont été déterminées à l'aide d'une fibre optique continue collée sur la surface supérieure de l'assemblage collé. Parallèlement, des mesures de rotation par inclinomètre et de corrélation d'images numériques (DIC) sont utilisées pour permettre d'adopter l'approche de l'intégrale-J. Celle-ci donne accès à

une détermination de la ténacité ainsi et du modèle de zone cohésive. Cela permet donc de comparer, pour chaque vieillissement étudié, les modes de rupture obtenus, les ténacités obtenues par différentes méthodes de détermination ainsi que les comportements de zone cohésive (un exemple pour la durée de vieillissement de 245 jours est donné en Figure 1).

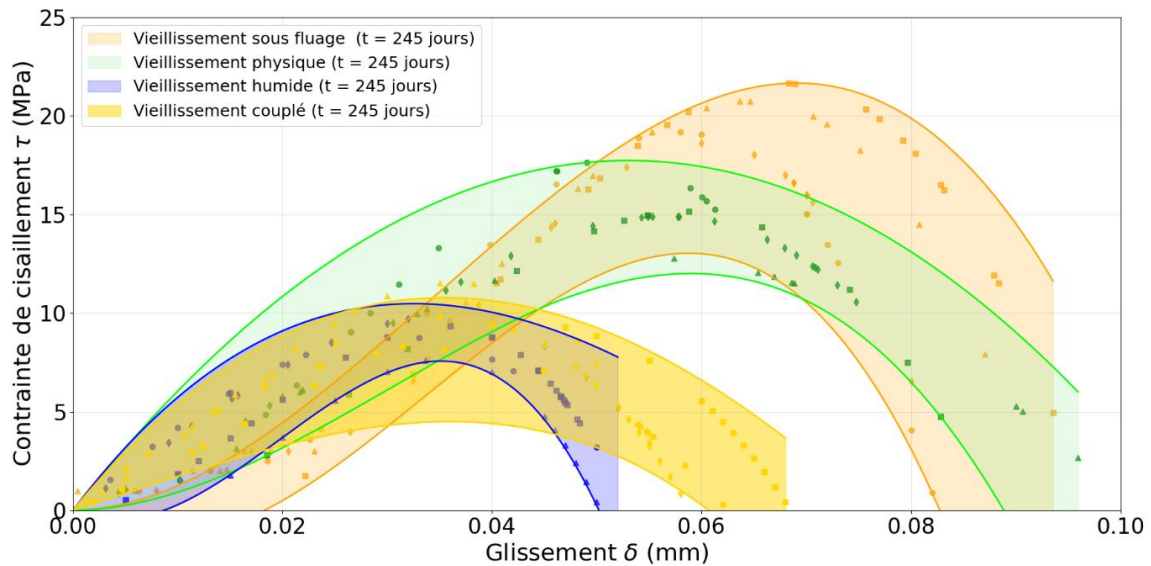


Fig. 1. Comparaison des déterminations expérimentales de modèle de zone cohésive pour les quatre conditions de vieillissement étudiés après 245 jours

## Remerciements

Les auteurs tiennent à remercier la Région Pays de Loire pour le co-financement de ce travail de thèse, ainsi que le pôle régional Weamec pour le soutien à une partie des travaux réalisés.

## Références

- [1] R. Grangeat, M. Girard, F. Jacquemin, and C. Lupi, “Method of Characterizing the Interphase’s Mean Water Diffusion Properties of a Bonded Assembly in Immersion” *The Journal of Adhesion* Vol.98 n° 3, pp.: 207–26, 2022.
- [2] A. Fawaz, E. Lepretre, X. Chapeleau, S. Chataigner, “Moisture absorption comparison between bulk adhesives and adhesively bonded joints in different environments”, in: Proceedings of ECCM21 conference, Nantes, France, 2024.
- [3] ISO 15114:2014, “Standard: Fibre-Reinforced Plastic Composites — Determination of the Mode II Fracture Resistance for Unidirectionally Reinforced Materials Using the Calibrated End-Loaded Split (C-ELS) Test and an Effective Crack Length Approach” 2014.
- [4] M. Perez-Galmez, J. Renart, C. Sarrado, A.J. Brunner, A. Rodriguez-Bellido, « Towards a Consensus on Mode II Adhesive Fracture Testing: Experimental Study », *Theoretical and Applied Fracture Mechanics* Vol.98, pp. 210–19, 2018.
- [5] A.J. Brunner, B.R.K. Blackman, and P. Davies “A Status Report on Delamination Resistance Testing of Polymer Matrix Composites” *Engineering Fracture Mechanics* Vol.75 n° 9, pp. 2779–94, 2008.
- [6] A. Fawaz, E. Lepretre, X. Chapeleau, J.F. David, S. Chataigner, “Development and assessment of an adhesively bonded assembly geometry adapted for both ELS test and toward hygro-mechanical aging evaluation” *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, Vol.141, 105301, 2026.
- [7] A. Fawaz, E. Lepretre, X. Chapeleau, S. Chataigner, “Development and Validation of a Creep Frame Adapted for ELS (End Load Split) Test”, *Procedia Structural Integrity*, Vol.64, pp. 89-96, 2024.
- [8] Q. Sourisseau, E. Lepretre, S. Chataigner, X. Chapeleau, L. Mouton, and S. Paboeuf. “Use of High Spatial Resolution Distributed Optical Fiber to Monitor the Crack Propagation of an Adhesively Bonded Joint during ENF and DCB Tests” *International Journal of Adhesion and Adhesives* Vol. 115, 103124, 2022.
- [9] Q. Sourisseau, 2022. « Development of a Robust Methodology for the Design Assessment of Bonded Reinforcements on Steel Structures », Ph.D. thesis, Université Gustave Eiffel, Nantes Université, 2022.

## Mécanismes de diffusion d'eau dans les assemblages collés

### *Water diffusion mechanisms in bonded assemblies*

Marion Girard<sup>1</sup>, Boubacar Ndiaye<sup>1</sup>, Romain Grangeat<sup>2</sup>, Alexandre Clément<sup>1</sup>, Frédéric Jacquemin<sup>1</sup>

1 : Nantes Université, Ecole Centrale Nantes, CNRS,  
GeM, UMR 6183,

57 rue Michel Ange, F-44600 Saint-Nazaire, France

[marion.girard@univ-nantes.fr](mailto:marion.girard@univ-nantes.fr), [boubacar.ndiaye@univ-nantes.fr](mailto:boubacar.ndiaye@univ-nantes.fr), [alexandre.clement@univ-nantes.fr](mailto:alexandre.clement@univ-nantes.fr), [frédéric.jacquemin@univ-nantes.fr](mailto:frédéric.jacquemin@univ-nantes.fr)

2 : CESI LINEACT, UR7527, 24 Le Paquebot 44600 Saint-Nazaire, France

[rgrangeat@cesi.fr](mailto:rgrangeat@cesi.fr)

Dans un assemblage collé soumis à un environnement humide, la nature hydrophile de l'adhésif lui confère la capacité d'absorber l'eau abaissant alors ses propriétés mécaniques et affectant la durabilité de la structure. Afin d'estimer cette durabilité notamment pour des temps longs, il est nécessaire de caractériser expérimentalement les phénomènes diffusifs afin de proposer une modélisation pertinente dont les paramètres sont également identifiés à partir de ces mêmes observations expérimentales.

La diffusion de l'eau dans un matériau uniforme est relativement bien maîtrisée. Lorsque ce même matériau est placé entre deux substrats métalliques, la cinétique de sorption est modifiée et devient souvent plus complexe que celle observée initialement sur le polymère seul. Il est en effet montré dans la littérature que l'eau diffuse plus vite dans un adhésif lorsqu'il est entre deux substrats que lorsqu'il est seul comme le montre la Fig. 1 extraite de [1].

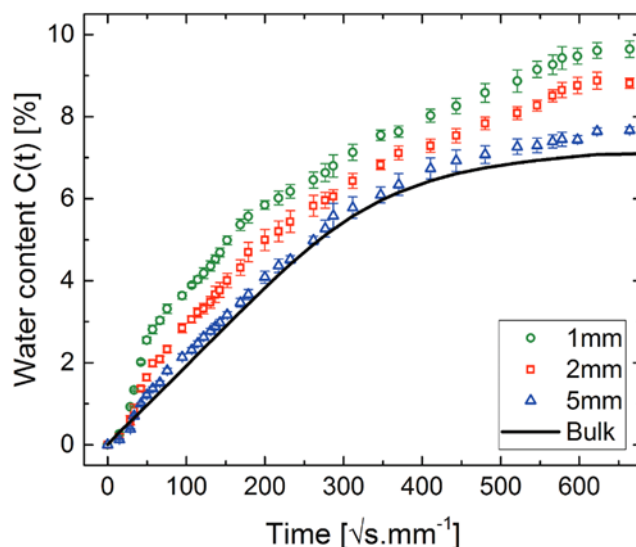


Fig. 1. Evolution de la teneur en eau macroscopique dans la colle en fonction du temps d'immersion pour plusieurs épaisseurs d'adhésif (Grangeat et al., 2022)

Plusieurs théories tendant à expliquer ce constat s'affrontent dans la littérature.

La première, présentée dans les travaux de Zanni-Deffarges et Shanahan [2], défend la thèse selon laquelle les effets de **tension superficielle** près de la région interfaciale métal/polymère augmentent la force motrice effective pour la pénétration de l'eau. Ils supposent la présence d'un point triple où trois phases sont présentes : métal (oxyde), adhésif humide et adhésif sec. Étant donné que le substrat métallique présente probablement une énergie de surface élevée, l'énergie interfaciale de l'adhésif « sec » /métal (oxydes) pourrait bien être assez importante. Par conséquent, la tension interfaciale significative pourrait contribuer à « tirer » le front de diffusion de l'eau dans le système.

Zanni-Deffarges et Shanahan suggèrent également une autre raison possible pour la prise en eau importante des assemblages, liée au **champ de contrainte** lors de la fabrication [2]. En effet, un retrait chimique se produit lors de la réaction de polymérisation de la colle. Elle sera relativement peu contrainte lorsqu'elle est seule car elle est libre de se déformer. Cependant, dans le contexte d'un joint collé, la zone interfaciale sera bloquée par le substrat. Cela peut conduire à une dilatation effective du matériau polymère à proximité et à une structure moins dense, facilitant éventuellement la pénétration de l'eau et conduisant à un coefficient de diffusion moyen local (et donc global) plus élevé.

Enfin, une dernière hypothèse est proposée. Lors de la formation des interphases, avec la formation des complexes organométalliques [3], [4], la réaction entre les fonctions amines et époxy n'est pas complète. Il en résulte une **sous-réticulation**, ce qui favorise la diffusion de l'eau [5].

Finalement, il n'y a pas de consensus sur la théorie à privilégier. Pour autant, il faut noter qu'elles ne sont pas incompatibles les unes avec les autres.

Les travaux présentés ici reprennent les différentes expérimentations, réalisés dans le cadre des travaux de thèse de Romain Grangeat [6] et Boubacar NDiaye, permettant de confronter ces différentes théories.

## Références

- [1] R. Grangeat, M. Girard, F. Jacquemin, et C. Lupi, « Method of characterizing the interphase's mean water diffusion properties of a bonded assembly in immersion », *J. Adhes.*, vol. 98, n° 3, p. 207-226, 2022, doi: 10.1080/00218464.2020.1828080.
- [2] M. P. Zanni-Deffarges et M. E. R. Shanahan, « Diffusion of water into an epoxy adhesive: comparison between bulk behaviour and adhesive joints », *Int. J. Adhes. Adhes.*, vol. 15, n° 3, p. 137-142, juill. 1995, doi: 10.1016/0143-7496(95)91624-F.
- [3] S. Bentadjine, R. Petiaud, A. A. Roche, et V. Massardier, « Organo-metallic complex characterization formed when liquid epoxy-diamine mixtures are applied onto metallic substrates », *Polymer*, vol. 42, n° 14, p. 6271-6282, 2001.
- [4] M. Aufray, « Caractérisation physico-chimique des interphases époxyde-amine / oxyde ou hydroxyde métallique, et de leurs constituants », Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2005. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-04167747>
- [5] B. de Parscau du Plessix, F. Jacquemin, P. Lefebure, et S. Le Corre, « Characterization and modeling of the polymerization-dependent moisture absorption behavior of an epoxy-carbon fiber-reinforced composite material », *J. Compos. Mater.*, vol. 50, n° 18, p. 2495-2505, 2016, doi: 10.1177/0021998315606510.
- [6] R. Grangeat, « Durabilité des assemblages collés en environnement humide - Instrumentation par capteurs à fibre optique », Université de Nantes, 2019. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.fr/2019NANT4066>

## Vieillessement à l'eau de biocomposites à base de poly(acide lactique) et de fibres de verre innovantes et son influence sur les mécanismes à l'interface fibre/matrice

### *Water ageing of biocomposites based on poly(lactid acid) and innovative glass fibres and its influence on fibre/matrix interface*

Anne BERGERET<sup>1</sup>, Laurent FERRY<sup>1</sup>, Jean Charles BENEZET<sup>1</sup>, Nicolas PONS<sup>2</sup>

1 : Polymers, Composites and Hybrids (PCH) - IMT Mines Alès - 6 avenue de Clavières – 30319 Alès Cedex  
e-mail : [Anne.Bergeret@mines-ales.fr](mailto:Anne.Bergeret@mines-ales.fr), [Laurent.Ferry@mines-ales.fr](mailto:Laurent.Ferry@mines-ales.fr) et [Jean-Charles.Benezet@mines-ales.fr](mailto:Jean-Charles.Benezet@mines-ales.fr)

2 : Rheochronos – 705 rue Lafayette – 30110 Laval Pradel  
e-mail : [n.pons@rheochronos.com](mailto:n.pons@rheochronos.com)

Les exigences environnementales croissantes et la raréfaction des ressources font que l'on s'intéresse de plus en plus à de nouveaux matériaux respectueux de l'environnement pour le développement de produits. C'est dans ce contexte que les biocomposites qui sont entièrement, ou dans une large mesure, produit à partir de la biomasse (fibres naturelles combinées à des polymères biosourcés ou non) se positionnent comme une alternative intéressante et conquièrent de plus en plus de marchés. Cependant, l'un de freins à leur développement est lié à la variabilité intrinsèque des fibres naturelles, et donc de leurs performances en particulier mécaniques, et à leur sensibilité à l'eau. Cette étude propose donc de développer des formulations verrières donnant aux fibres de verre un caractère dégradable, tout comme le polymère biosourcé dans lesquels elles sont introduites. L'objectif est donc d'étudier l'influence de la composition verrière des fibres de verre dégradables, mais également l'influence de l'ensimage (agent de couplage et agent filmogène) des fibres sur la résistance au vieillissement (immersion dans l'eau pendant 7 jours à température ambiante ou conditions hygrothermiques de 100% d'humidité relative à 65°C pendant 240h) de biocomposites acide polylactique (PLA)/fibres de verre dégradables (taux massique de 30%).

Quatre fibres de verre dégradables (F1, F2, F3, F4) ont été développées et comparées à une fibre de verre de renforcement classique (E). Un même ensimage (non biosourcé) compatible avec les polyesters a été utilisé. Les résultats ont montré l'existence d'une relation entre la valence des composés entrant dans les formulations verrières ( $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ) et les performances mécaniques des biocomposites à l'état initial. Après vieillissement en immersion des biocomposites, il est apparu une moindre résistance dans le cas des fibres de verre (F3 et F4) contenant le plus de composés alcalins ( $\text{K}_2\text{O}$  en l'occurrence), ces derniers ayant la faculté de se dissoudre dans l'eau en augmentant sa basicité. L'étude de l'évolution des caractéristiques des biocomposites au cours d'un vieillissement hygrométrique (Fig. 1) a mis en évidence plusieurs phénomènes, à savoir une plastification, une cristallisation du PLA et sa dégradation par hydrolyse, ainsi que la dégradation à la fois de l'interface fibre/matrice et de la fibre de verre. Il apparaît que les fibres apportant les meilleures propriétés mécaniques à l'état initial sont aussi celles qui permettront une meilleure tenue hygrothermique. Des essais avec un ensimage biosourcé (PLA) ont également été menés et ont montré une moindre résistance au vieillissement en raison de phénomènes supplémentaires d'hydrolyse du PLA qui modifie le pH au voisinage des fibres de verre.

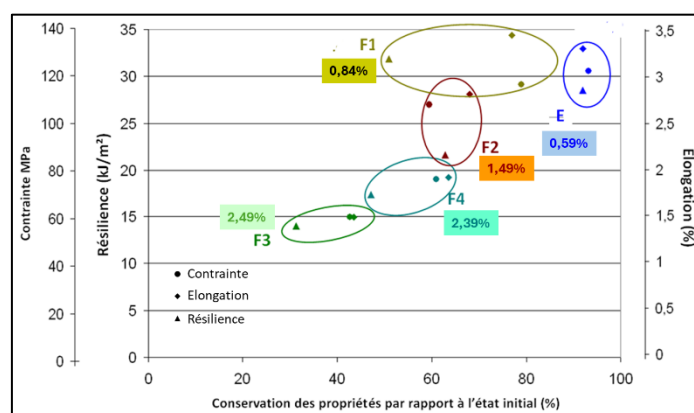


Fig. 1. Corrélation performances mécaniques/résistance au vieillissement hygrothermique à 24h des biocomposites et influence de la formulation verrière – Les pourcentages correspondent à la quantité d'eau absorbée

Cinq agents de couplage, de type organosilanes ont été utilisés dans le cas d'ensimages à base de PLA pour la fibre F2, à savoir trois silanes et deux bi-silanes avec des fonctions chimiques différentes (amine, époxy, méthacryl, sulfure). Les propriétés mécaniques des biocomposites renforcés par ses fibres ont été déterminées ainsi que leur évolution en fonction des conditions de vieillissement. Des hypothèses de mécanismes réactionnels entre la surface du verre, l'agent de couplage et la matrice PLA ont été proposées. Après vieillissement, il apparaît que les bi-silanes forment un réseau polysiloxane limitant la diffusion de l'eau vers la fibre (Fig. 2).

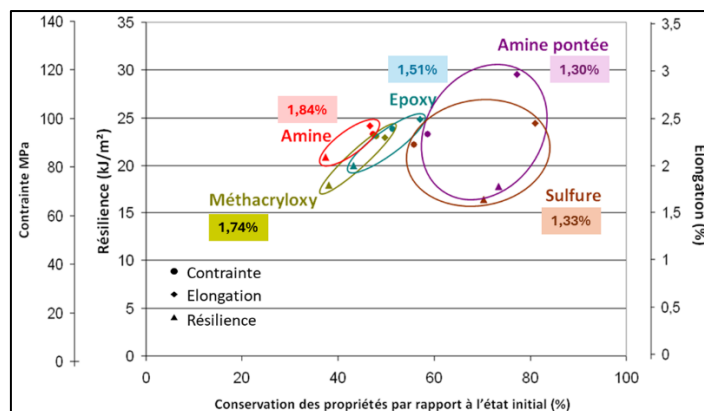


Fig. 2. Corrélation performances mécaniques/résistance au vieillissement hygrothermique à 24h des biocomposites et influence de la nature de l'agent de couplage – Les pourcentages correspondent à la quantité d'eau absorbée

D'autres émulsions de biopolymères que l'émulsion PLA, à savoir des émulsions de la famille des polyhydroxycarboxylates (PHA) comme le polyhydroxybutyrate (PHB), le polyhydroxybutyrate-co-valérate (PHBV) et le copolymère du PHB et du polycaprolactone (PHB-co-PCL), ont été comparées en tant qu'agent filmogène dans la formulation des ensimages dans le cas de la fibre F2 pour un agent de couplage donné. Si dans la majorité des cas, la substitution du PLA (en tant qu'agent filmogène) par des PHA ne permet pas d'améliorer les propriétés mécaniques initiales du biocomposite, ils présentent un intérêt majeur vis-à-vis de la résistance au vieillissement en particulier l'agent filmogène PHB-co-PCL (Fig.3).

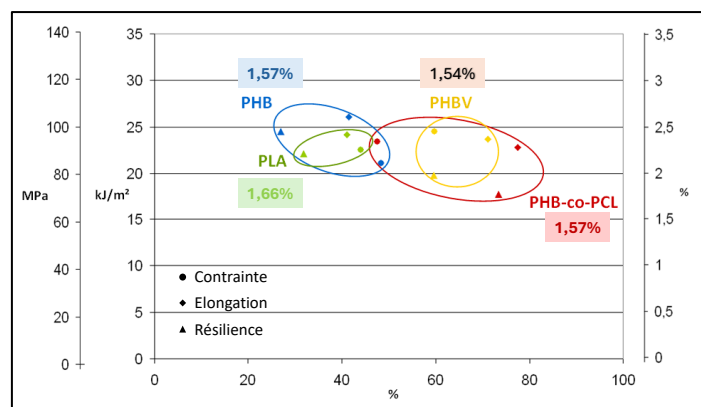


Fig. 3. Corrélation performances mécaniques/résistance au vieillissement hygrothermique à 24h des biocomposites et influence de la nature de l'agent filmogène – Les pourcentages correspondent à la quantité d'eau absorbée

Cette étude a ainsi montré qu'il est possible de contrôler la dégradation consécutive à un vieillissement (immersion ou hygrothermique) des biocomposites PLA/fibres altérables en sélectionnant judicieusement la composition verrière de la fibre et son ensimage

## Remerciements

Les auteurs remercient l'ADEME et l'ANR pour l'accompagnement financier attribué à cette étude.

## Modélisation par éléments finis des gradients de thermo-oxydation dans les composites à matrice organique : rôle de l'interface fibre/matrice via une approche multi-échelle

### *Finite element modelling of thermo-oxidation gradients in organic matrix composites: role of the fibre/matrix interface via a multi-scale approach*

Juan Pablo Márquez Costa<sup>1</sup>, Eric Monteiro<sup>1</sup>, Xavier Colin<sup>1</sup>

<sup>1</sup> : Laboratoire PIMM

Arts et Métiers Sciences et Technologies, CNRS – UMR 8006, CNAM

151 boulevard de l'Hôpital, F- 75013 Paris, France

e-mail : [juan-pablo.marquez\\_costa@ensam.eu](mailto:juan-pablo.marquez_costa@ensam.eu), [eric.monteiro@ensam.eu](mailto:eric.monteiro@ensam.eu) et [xavier.colin@ensam.eu](mailto:xavier.colin@ensam.eu)

Les composites carbone/époxy présentent des risques lorsqu'ils sont exposés à des températures élevées pendant une durée prolongée. Ceux liés aux phénomènes de vieillissement thermo-oxydatif de la matrice s'avèrent particulièrement critiques [1]. En effet, l'apparition d'une fine épaisseur de couche oxydée (ECO) à la surface de la pièce induit une fragilisation locale et le développement de gradients de contraintes et de déformations, avec un risque potentiel de rupture prématurée suite à l'évolution des dommages [2]. Dans le cas d'un composite unidirectionnel (UD) renforcé par des fibres continues, le scénario de dégradation dépend de l'anisotropie du composite. Les gradients d'oxydation anisotropes, dus à la présence de fibres et d'interfaces, entraînent une hétérogénéité des champs de contraintes et de déformations, induisant l'amorçage et la propagation de fissures dans la zone d'oxydation, comme schématisé sur la (Fig. 1).

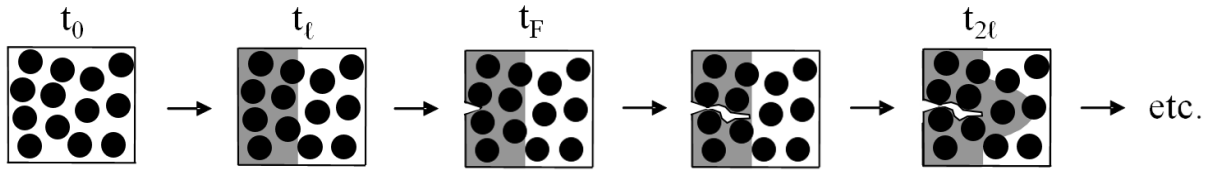


Fig. 1. Scénario de propagation de fissure dans un échantillon composite. Vue d'une section perpendiculaire à la direction longitudinale des fibres

Dans ce contexte, il est crucial d'établir un lien entre la cinétique d'oxydation des composites à matrice organique (CMO) à base d'époxy et la cinétique d'oxydation. Concernant la prédiction de cette cinétique, il est nécessaire de prendre en compte les propriétés anisotropes induites par la microstructure des composites. Ainsi, l'interface fibre/matrice devrait jouer un rôle déterminant dans l'évolution de l'ECO, notamment sur son influence dans la diffusion anisotrope de l'oxygène ( $O_2$ ). Afin de proposer un modèle pertinent, la question suivante se pose : faut-il prendre en compte un comportement spécifique de l'interface fibre/matrice, en particulier par le biais de termes diffusifs et réactifs, pour décrire fidèlement les gradients d'oxydation des composites stratifiés ? Pour répondre à cette question, ce travail vise deux objectifs : (i) proposer un modèle cinétique de thermo-oxydation des composites à matrice époxy-diamine et fibres de carbone et (ii) relier l'évolution des gradients d'oxydation à celle de l'ECO dans chacune des directions principales du composite (1 – direction des fibres, 2 – direction transversale et 3 – direction hors plan).

Pour répondre au premier point, un code de calcul numérique par éléments finis a été développé afin de simuler le vieillissement thermique des CMO exposés à des températures inférieures à leur température de transition vitreuse ( $T_g$ ). Ce code (basé sur des travaux antérieurs concernant des échantillons de résine pure [3]) est développé à l'échelle du pli et repose sur le couplage de deux mécanismes principaux : (i) la diffusion anisotrope de l' $O_2$  et (ii) sa consommation par réaction chimique avec la matrice époxy, comme décrit par l'équation suivante :

$$\frac{dC(\mathbf{x}, t)}{dt} = \nabla \cdot (\mathbf{D} \nabla C(\mathbf{x}, t)) - r_{UD}(C(\mathbf{x}, t)) \quad (\text{Eq. 1})$$

Soit  $C(\mathbf{x}, t)$  la concentration d' $O_2$ ,  $\mathbf{D}$  le tenseur de diffusion anisotrope effectif du second ordre et  $\nabla C(\mathbf{x}, t)$  le gradient de concentration en  $O_2$ .  $r_{UD}(C(\mathbf{x}, t))$  représente le terme réactif homogénéisé dans le pli élémentaire du composite UD, prenant en compte l'effet stabilisateur du carbone au voisinage de la fibre. Une méthode d'homogénéisation, basée sur des

conditions aux limites périodiques de concentration en  $O_2$  et un volume élémentaire représentatif (VER), est proposée pour le calcul de chaque terme de  $D$ . Le VER est constitué des fibres noyées dans une matrice, ainsi que des interfaces autour des fibres.

Cette méthodologie permet d'accéder aux gradients d'oxydation dans l'épaisseur de l'échantillon composite, selon chacune de ses directions principales. Un dialogue essai / simulation est mis en œuvre pour valider les gradients d'oxydation en comparant les évolutions des ECOs prédites et mesurées [2] dans chaque direction pour des conditions expérimentales contrôlées. Cette comparaison des évolutions des ECOs est présentée sur la (Fig. 2) pour deux hypothèses : sans et avec interface matrice/fibre. Ces résultats mettent en évidence : (i) l'anisotropie du problème de thermo-oxydation des composites unidirectionnels et (ii) l'importance de considérer, dans le modèle proposé, l'effet prédominant de l'interface sur le terme de diffusion et, par conséquent, sur l'évolution de l'ECO, notamment dans la direction longitudinale (1 – direction des fibres).

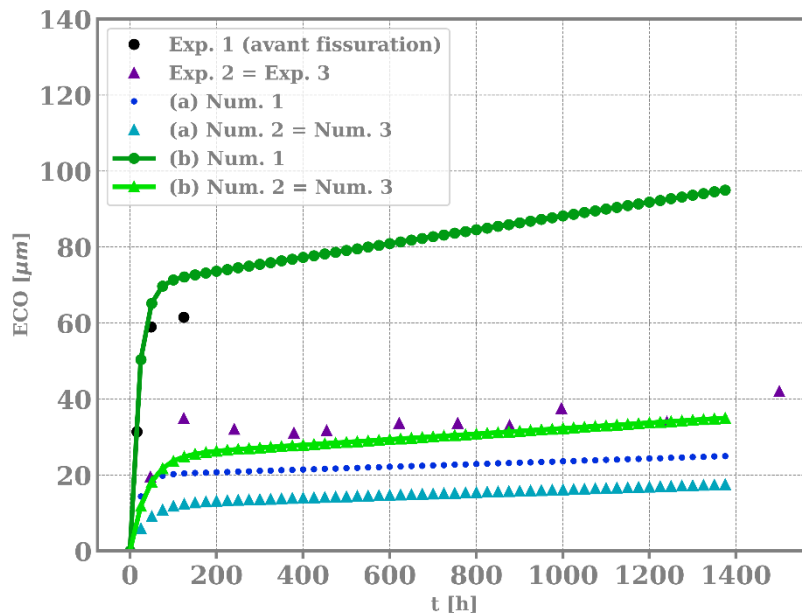


Fig. 2. Comparaison des ECOs expérimentales (ronds noirs et triangles violets pour les directions 1, 2 et 3 qui sont notées Exp. 1, Exp. 2 = Exp. 3, respectivement) aux simulations numériques pour : (a) un composite fibre/matrice (Num. 1 et Num. 2 = Num. 3) et (b) composite fibre/interface/matrice (Num. 1 et Num. 2 = Num. 3)

Le modèle développé à l'échelle du pli tient compte de trois caractéristiques clés : (i) le tenseur de diffusion anisotrope, (ii) la contribution des fibres au terme réactif et (iii) l'effet local de l'interface fibre/matrice sur les mécanismes de diffusion via une approche du VER. À la vue des premiers résultats, cette approche démontre la nécessité d'intégrer la contribution interfaciale dominante au terme de diffusion. Le modèle peut ainsi être utilisé comme un outil de *virtual testing* afin d'identifier le coefficient de diffusion interfaciale local dans le but d'assurer une prédiction fiable de l'évolution de l'ECO. Cette étape constitue un prérequis pour évaluer l'impact des gradients d'oxydation sur les propriétés thermomécaniques (par exemple, la  $T_g$ , la rigidité) et sur l'état mécanique (champs de contraintes et de déformations) des composites stratifiés [4], dans le but plus large de prédire leur durabilité à long terme.

## Références

- [1] T.K. Tsotsis, S.M. Lee, « Long-term thermo-oxidative aging in composite materials: Experimental methods », *Compos. Sci. Technol.* Vol. 32 n° 11, pp. 1115–1135, 1998.
- [2] X. Colin, A. Mavel, C. Marais, J. Verdu, « Interaction between cracking and oxidation in organic matrix composites », *J. Compos. Mater.* Vol. 39 n° 15, pp. 1371–1389, 2005.
- [3] J.P. Marquez Costa, X. Colin, « Finite element modelling of the oxidation gradients of epoxy-diamine matrices below and above their glass transition temperature », *Polym. Degrad. Stab.*, pp. 234–111194, 2025.
- [4] K. Pochiraju, G. Tandon, « Evolution of stress and deformations in high-temperature polymer matrix composites during thermo-oxidative aging », *Mech Time-Depend Mater.* Vol. n° 12, pp. 45–68, 2008.

## Pistes pour la caractérisation expérimentale de la ténacité d'une interface oxydée

### *Ideas for the experimental characterisation of an oxidized interface*

Federica Daghia<sup>1</sup>, Christophe Cluzel<sup>1,2</sup>

1 : Université Paris-Saclay, CentraleSupélec, ENS Paris-Saclay, CNRS,  
LMPS – Laboratoire de Mécanique Paris-Saclay  
4 avenue des Sciences, F- 91190 Gif-sur-Yvette  
e-mail : federica.daghia@ens-paris-saclay.fr et christophe.cluzel@ens-paris-saclay.fr

2 : IUT d'Evry Val d'Essonne, Département SGM  
Université d'Évry – Université Paris-Saclay  
3 rue du Père Jarlan, F- 91025 Évry

Les composites stratifiés et les assemblages collés sont caractérisés par la présence de zones interfaciales en polymère : s'agit de zones faibles où une fissure peut s'amorcer, puis propager de façon possiblement catastrophique. Le taux critique de restitution d'énergie  $G_c$ , c'est à dire l'énergie nécessaire pour propager une fissure de surface unitaire au sein d'une interface, est donc un paramètre essentiel à caractériser pour prédire la tenue des structures stratifiées ou collées. De nombreux essais sont proposés en littérature pour identifier  $G_c$ , voir par exemple [1].

L'état des polymères qui constituent ces zones interfaciales est susceptible d'évoluer au cours de la vie d'une structure à cause de différents phénomènes physico-chimiques, comme la diffusion/réaction d'oxygène au sein du polymère. Des modèles qui décrivent la cinétique de diffusion/réaction dans un polymère pur ou dans un composite sont proposés dans la littérature [2] : ils prédisent la création et l'évolution dans le temps d'un gradient du niveau d'oxydation  $Q(x,t)$  dans une zone d'épaisseur relativement fine proche de la surface libre du matériau, et ils rendent compte de l'effet accélérateur de la température et de la pression partielle d'oxygène. L'oxydation du polymère se répercute sur ses propriétés mécaniques, comme il a été observé par exemple en [3] pour les modules élastiques. Une caractérisation directe du  $G_c$  du matériau oxydé, d'autre part, reste pour le moment hors de portée, car les phénomènes d'oxydation concernent en général une couche relativement fine proche de la surface libre, où l'oxygène peut pénétrer, qui est rapidement dépassée lors de la propagation d'une fissure dans un essai de classique de propagation de fissure.

Ce travail propose des pistes pour définir et mettre en œuvre un essai de caractérisation du  $G_c$  en fonction du niveau d'oxydation du matériau. Une première réalisation expérimentale est présentée en [4]. L'idée de base est de choisir une configuration d'essai permettant un lien de proportionnalité direct entre la force imposée  $F$  et le taux de restitution d'énergie  $G$ , c'est à dire l'énergie disponible à la propagation. Différents essais proposés en littérature répondent à ce critère, par exemple :

- Le *Climbing Drum Peel* (CDP), utilisé en [4] ;
- Les essais de pelage directs [5] ;
- L'essai *Double Cantilever Beam* (DCB) à moment imposé ; ...

Dans tous ces essais, on a

$$G = F \cdot \text{const} \quad (\text{Eq. 1})$$

où *const* dépend de la configuration d'essai retenue.

L'utilisation classique de ces configurations d'essai est d'imposer un déplacement croissant, et de mesurer la force  $F_c$  qui correspond à la propagation du délaminage, ce qui permet d'identifier  $G_c = F_c \cdot \text{const}$ . Ici, d'autre part, nous proposons de fixer une force  $F_i < F_c$  (ce qui correspond à fixer une énergie  $G_i < G_c$  disponible pour la propagation) et d'attendre que l'oxydation du polymère en pointe de la fissure dégrade la valeur du taux critique de restitution d'énergie jusqu'à atteindre  $G_{c,\text{oxydé}} = G_i$ , ce qui donnera lieu à la propagation. Un modèle décrivant la cinétique de diffusion/réaction [2] permettra de relier la vitesse  $v$  de propagation de la fissure au niveau d'oxydation  $Q$  atteint. La mesure de la vitesse de propagation pour différentes valeurs de  $G_i$  imposés permettra donc de construire une loi  $G_{c,\text{oxydé}}(Q)$ .

Un schéma du montage d'essais utilisé en [4] est illustré en Fig. 1, et les résultats obtenus pour des échantillons composites unidirectionnel en IM7/977-2 à une température de 132-134° C sont présentés en Fig. 2.

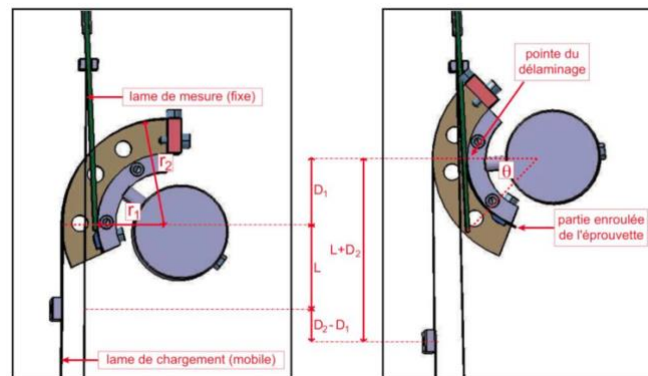


Fig. 1. Schéma du montage d'essai CDP à deux instants de propagation différents [4]

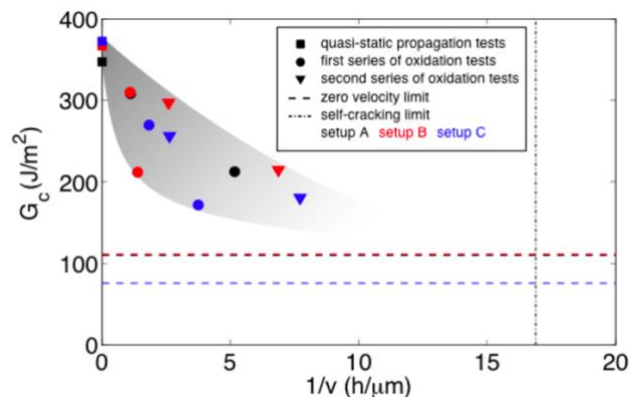


Fig. 1. Lien entre  $G_c$  et vitesse  $v$  de propagation de la fissure ( $v^{-1}$  est proportionnel au niveau d'oxydation  $Q$ ) [4]

Malgré le concept relativement simple, plusieurs points restent délicats pour la mise en place et l'exploitation de ce type d'essai, notamment :

- La mesure de vitesses de propagation de fissure extrêmement lentes, de l'ordre de 1 micromètre par heure ;
- La présence possible d'autres phénomènes dissipatifs en dehors de l'interface, liés par exemple à la viscosité du polymère ; celle-ci peut être mitigée en effectuant les essais sur une interface de collage entre substrats non visqueux ;
- La nécessité de moyens expérimentaux permettant d'accélérer les phénomènes de diffusion/réaction (enceintes à température et/ou pression partielle d'oxygène contrôlés) ;
- La nécessité d'un modèle de diffusion/réaction pour quantifier le taux d'oxydation correspondant à une vitesse de propagation donnée.

## Références

- [1] F. Daghia, C. Cluzel, « The Climbing Drum Peel Test: An alternative to the Double Cantilever Beam for the determination of fracture toughness of monolithic laminates », *Composites: Part A* Vol. 78, pp.70-83, 2015.
- [2] X. Colin, C. Marais, J. Verdu, « A new method for predicting the thermal oxidation of thermoset matrices – Application to an amine crosslinked epoxy », *Polymer testing* Vol. 20, pp.795-803, 2001.
- [3] L. Olivier, N. Q. Ho, J. C. Grandidier, M. C. Lafarie-Frenot, « Characterization by ultra-micro indentation of an oxidized epoxy polymer: Correlation with the predictions of a kinetic model of oxidation », *Polymer Degradation and Stability*, Vol. 93, pp. 489-497, 2008.
- [4] F. Daghia, C. Cluzel, « Un essai de délaminage sous oxydation pour les composites stratifiés à matrice organique », in : *Comptes-rendus des 18èmes Journées Nationales sur les Composites*, École Centrale Nantes, 2013.
- [5] A. J. Kinloch, C. C. Lau, J. G. Williams, « The peeling of flexible laminates », *International Journal of Fracture* Vol. 66, pp.45-70, 1994.

## Étude du potentiel des assemblages composites collés pour les applications aéronautiques soumis à une flamme kérosène

### *Study of the potential of bonded composite assemblies subjected to a kerosene flame*

Noémie Taurines<sup>1</sup>, Camille Gillet Tamssaouet<sup>1</sup>, Benoit Vieille<sup>2</sup>, Fabrice Barbe<sup>2</sup>

1 : Institut Clément Ader (ICA), UMR CNRS 5312  
Université de Toulouse, INSA, UPS, ISAE-SUPAERO, IMT MINES ALBI, CNRS  
3 rue Caroline Aigle, 31400 Toulouse  
e-mail : [camille.gillet@insa-toulouse.fr](mailto:camille.gillet@insa-toulouse.fr)

2 : Groupe de Physique des Matériaux (GPM), UMR CNRS 6634  
Université de Normandie, UNIROUEN, INSA Rouen, CNRS  
85 avenue de l'Université, 76800 Saint-Étienne-du-Rouvray  
e-mail : [benoit.vieille@insa-rouen.fr](mailto:benoit.vieille@insa-rouen.fr) ; [fabrice.barbe@insa-rouen.fr](mailto:fabrice.barbe@insa-rouen.fr)

Depuis plusieurs décennies, la réduction de l'empreinte carbone des avions est l'un des enjeux principaux du secteur de l'aéronautique. Les avionneurs développent plusieurs technologies pour alléger les structures et ainsi réduire la consommation de carburant. Parmi ces solutions, les matériaux composites à matrice organique (CMO) et les assemblages collés sont largement étudiés et déployés. Durant leur vie de service, ces pièces assemblées à base de polymère sont amenées à subir les conditions environnementales dans lesquelles elles évoluent. Dans des cas critiques rares, elles peuvent être exposées à des conditions d'incendie (typiquement une flamme kérosène) qui se traduit par de forts flux de chaleur induisant des conditions de température anisothermes au sein de la structure pouvant affecter leurs propriétés mécaniques et leur intégrité. Les températures rencontrées peuvent ainsi varier de l'ambient jusqu'à 1100 °C, dépassant alors largement la température de dégradation des polymères (située entre 350 et 600 °C selon la nature de la matrice). Lors d'un incendie en vol, l'avion dispose d'entre 5 min (structure dite résistante au feu) et 15 min (structure dite étanche au feu) pour atterrir. La résistance des structures va dépendre des propriétés thermiques des matrices, des adhésifs, des renforts et de leurs interfaces. La tenue thermique des CMO a fait l'objet de nombreuses études. En présence d'oxygène et dans des conditions homogènes de température, il se produit sur les matrices polymères un vieillissement thermo-oxydatif dont les principales caractéristiques sont une oxydation de surface, des scissions de chaînes macromoléculaires, et des réarrangements moléculaires. Ces dégradations thermiques se traduisent de manière générale par des fissurations, des gonflements provoquant des décohésions fibre/matrice, une diminution de la masse du polymère et la chute de la résistance mécanique avec le temps de vieillissement [1]. La tenue thermique des assemblages collés et de leurs adhésifs a été relativement peu étudiée, la plupart des études se focalisant sur les vieillissements hygrothermiques et thermo-oxydatifs. Il apparaît que les niveaux de chargement et de déplacement à rupture des assemblages collés diminuent avec la durée de vieillissement thermo-oxydatif [2]. En revanche, la tenue au feu ou à haute température (> 200 °C) des assemblages collés n'est étudiée que dans quelques cas particuliers utilisant des plaques en ciment pour la construction, ce qui s'éloigne des applications aéronautiques [3].

Dans ce travail, l'objectif est d'étudier la tenue sous flamme kérosène – dans des conditions d'agression thermique en accord avec la norme de certification feu ISO 2685:1998 [4]– d'assemblages collés en CMO. Des éprouvettes à simple recouvrement sont fabriquées, exposées à une flamme à l'aide d'un brûleur kérosène et testées mécaniquement en cisaillement après refroidissement complet. Pour ce faire, deux types de substrats de CMO stratifiés à fibres de carbone sont étudiés. Le premier CMO – carbone/époxy – est constitué d'une matrice thermodurcissable époxy-amine (Hexcel® 914) et d'un renfort en fibres de carbone (T300 3K 5HS) arrangés en stratifiés 7 plis selon une séquence d'empilement quasi-isotrope : [(0/90), (±45), (0/90), (±45), (0/90), (±45), (0/90)]. Le deuxième CMO – carbone/PEEK – est constitué d'une matrice thermoplastique PEEK associée au même renfort sous la forme de stratifiés de 7 plis avec la même séquence d'empilement, commercialisé sous la dénomination Toray Cetex® TC1200 par TORAY. Ces deux CMO ont déjà fait l'objet de précédentes études de tenue au feu [5], [6]. Les substrats ont été découpés avec la découpe jet d'eau abrasif aux dimensions suivantes : 100 × 25 × 2 mm<sup>3</sup>, selon la norme NF EN 1465. Les substrats ont ensuite été sablés puis rincés à l'eau claire, séchés à l'air comprimé et dégraissés avant le collage. Un primaire d'adhésion 3M™ VHB™ a été appliqué en deux couches à la surface sèche des substrats. L'adhésif utilisé dans ce travail est l'adhésif époxy-anhydride Duralco™ 4703 de COTRONICS, dont la tenue en température continue est de 343 °C d'après les données du fabricant. Il est déposé uniformément à l'aide d'une spatule sur les substrats préparés. Ils sont ensuite assemblés avec une longueur de recouvrement de 12,5 mm, et les éprouvettes ainsi obtenues sont placées en bûche à vide et réticulés en étuve à 120 °C pendant 4 h.

Le brûleur kérosène utilisé pour effectuer l'exposition à la flamme a été fabriqué en interne au GPM par le fabricant CUENOD (Fig. 1 (a)). Le rapport air/carburant a été fixé à 0,85 de la valeur stœchiométrique pour obtenir un flux de chaleur et des températures proches de la norme ISO 2685:1998 [4] :  $116 \text{ kW/m}^2 \pm 10 \text{ kW/m}^2$  et  $1100 \text{ °C} \pm 80 \text{ °C}$ . Ces paramètres ont été mesurés dans une étude précédente [7]. Les éprouvettes ont été exposées à la flamme kérosène pendant 1 et 5 min sur leur face. Elles sont ensuite testées en cisaillement à température ambiante avec une machine de traction uniaxiale servo-hydraulique MTS à  $2 \text{ mm/min}$  une fois le refroidissement complet atteint (essais dissociés). Elles sont comparées à des éprouvettes saines testées sans exposition thermique. Les essais permettent de constater que les éprouvettes collées carbone/époxy présentent de meilleures résistances à rupture que les carbone/PEEK (Fig. 2 (b)), ce qui est lié au fait que le PEEK a une faible énergie de surface amenant à une faible adhésion. Après 5 min d'exposition à la flamme, une diminution de la contrainte de cisaillement de 22 % des éprouvettes carbone/époxy et de 13 % des éprouvettes carbone/PEEK est constatée. Cet abaissement, plus prononcé pour les éprouvettes avec substrat en carbone/époxy, s'explique par leur moins bonne tenue thermique ( $T_{d \text{ PEEK}} \approx 550 \text{ °C}$  ;  $T_{d \text{ Epoxy}} \approx 340 \text{ °C}$ ). Par ailleurs, un changement de pente sur la courbe des carbone/époxy exposés pendant 5 min à la flamme est observé, et traduit des dégradations thermiques modifiant le comportement thermomécanique des éprouvettes. Les essais sont complétés par des observations des faciès de rupture (Fig. 1 (c)). Sur les faces d'exposition, des zones brunies et comportant du char sont visibles. En face arrière, l'adhésif présente de légers brunissements mais aucune déformation n'est visible.

Cette première étude a ainsi permis d'obtenir des résultats encourageants sur le potentiel d'utilisation d'assemblages collés dans des applications risquant l'exposition à très haute température. Des essais futurs s'intéresseront à la tenue thermique au feu ou en environnement homogène, sous contrainte mécanique ou non, en fonction de la durée d'exposition. Ils seront complétés par des analyses de la décomposition thermique (températures d'exposition, distribution des porosités) ainsi que de l'évolution des propriétés thermomécaniques des assemblages collés et de l'adhésif. L'objectif sera de comprendre les modes de ruptures des assemblages collés sollicités thermiquement et mécaniquement.

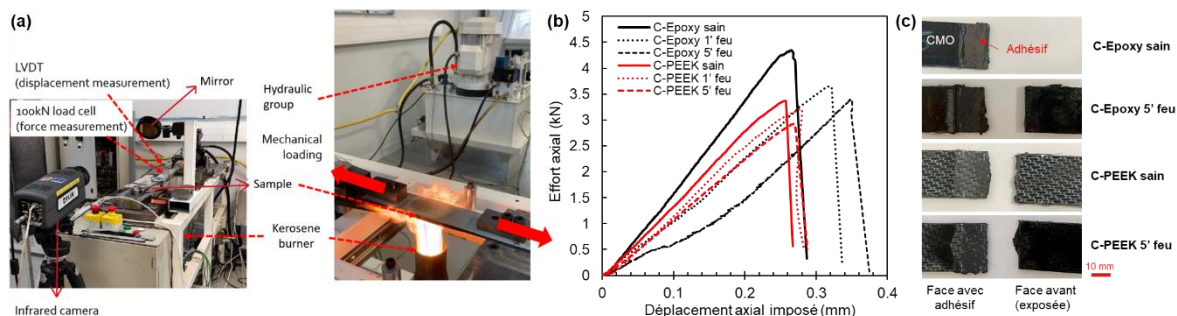


Fig. 1 : (a) Brûleur kérosène, (b) Essais de cisaillement réalisés sur les éprouvettes collées après exposition à la flamme -  $2 \text{ mm/min}$ , (c) Photographies des faciès de rupture.

## Références

- [1] K. V. Pochiraju, G. P. Tandon, et G. A. Schoeppner, *Long-Term Durability of Polymeric Matrix Composites*. Springer Science & Business Media, 2011.
- [2] J. Delozanne, N. Desgardin, N. Cuvillier, et E. Richaud, « Thermal oxidation of aromatic epoxy-diamine networks », *Polym. Degrad. Stab.*, vol. 166, p. 174- 187, 2019.
- [3] N. Pinoteau, P. Pimienta, T. Guillet, P. Rivillon, et S. Rémond, « Effect of heating rate on bond failure of rebars into concrete using polymer adhesives to simulate exposure to fire », *Int. J. Adhes. Adhes.*, vol. 31, n° 8, p. 851- 861, 2011.
- [4] *Aéronefs — Méthode d'essai en environnement des équipements embarqués — Tenue au feu dans les zones désignées « zones de feu »*, Norme ISO 2685:1998, 1998.
- [5] B. Vieille, A. Alia, A. Coppalle, et L. Lin, « In situ tensile behavior of hybrid carbon and glass fibers reinforced PEEK laminates: isothermal or fire testing conditions », *Compos. Part B Eng.*, vol. 262, p. 110807, 2023.
- [6] B. Vieille et A. Coppalle, « In situ interlaminar shear behavior of carbon fibers reinforced polymer composites exposed to severe thermal aggressions: PPS versus epoxy laminates », *J. Thermoplast. Compos. Mater.*, 2024, doi: 10.1177/08927057241256941.

- 
- [7] E. Schuhler, A. Coppalle, B. Vieille, J. Yon, et Y. Carpier, « Behaviour of aeronautical polymer composite to flame: A comparative study of thermoset- and thermoplastic-based laminate », *Polym. Degrad. Stab.*, vol. 152, p. 105- 115, 2018.

## Dialogue essais-calculs

## **De la caractérisation des interfaces à haute température à la modélisation de la tenue au feu des composites stratifiés**

### ***From interface characterization at elevated temperatures to fire-behaviour modelling of layered composites***

**Cédric Huchette<sup>1</sup>, Juan-Pablo Márquez Costa<sup>2</sup>, Juan Manuel García<sup>1</sup>, Damien Halm<sup>3</sup>**

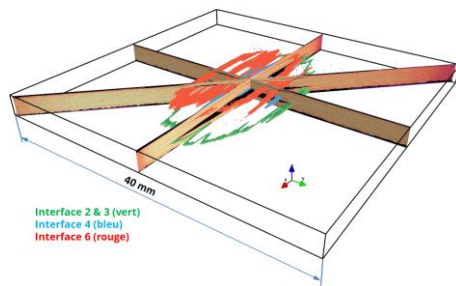
1 : DMAS, ONERA, Université Paris Saclay  
F-92322 Châtillon  
e-mail : cedric.huchette@onera.fr et juan\_manuel.garcia@onera.fr

2 : Laboratoire PIMM, Arts et Métiers ParisTech  
151, boulevard de l'hôpital, F- 75013 Paris  
e-mail : juan-pablo.marquez\_costa@ensam.eu

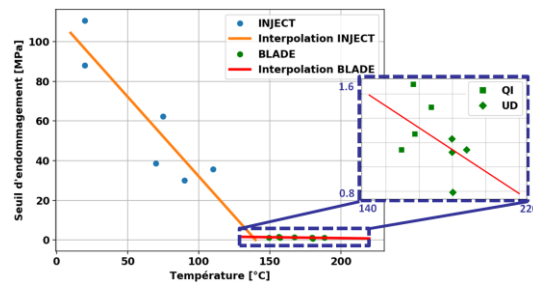
3 : Institut P' (UPR 2246) - CNRS, ISAE-ENSMA, Université de Poitiers  
F86961 Futuroscope Chasseneuil Cedex  
e-mail : damien.halm@ensma.fr

L'usage de matériaux composites pour des applications aéronautiques comme un fuselage d'avion demande de répondre à des obligations de sécurité relatives à la tenue au feu ou à la foudre qui ne sont *a priori* pas exigées pour d'autres parties structurales moins sujettes à ces agressions. La principale difficulté rencontrée pour ces sollicitations tient dans l'influence de la température sur les propriétés mécaniques du matériau qui sont alors mal connues pour les composites à matrices organiques notamment pour la tenue des interfaces [1]. Or pour de tels chargements, les mécanismes d'endommagement et notamment le délaminage jouent un rôle important vis-à-vis de la réponse thermique, mais également des performances résiduelles de la pièce [1-2]. C'est dans ce contexte que le département thermique de l'Onera a développé ces dernières années des approches expérimentales et numériques pour la caractérisation de l'ensemble des mécanismes de dégradation issus de la composition thermique du matériau [2], tandis que son département matériaux et structures a proposé des approches complémentaires pour comprendre et décrire le comportement mécanique et la rupture des matériaux stratifiés dans ces conditions extrêmes [3]. L'objectif de ce travail est de présenter l'ensemble des approches de caractérisation et de modélisation en température de la tenue des interfaces mises en place dans ce contexte pour la prévision du comportement thermique des matériaux composites stratifiés composés de plis en carbone/époxy.

La caractérisation de la tenue des interfaces repose de manière générale sur deux quantités que sont la ténacité et la contrainte d'amorçage, quantités nécessaires pour les modèles de zones cohésives. L'obtention de ces quantités en température s'est révélée assez difficile d'autant plus pour des sollicitations en mode II, qui reste le mode prédominant pour la prévision de la tenue au feu des composites. C'est pourquoi, nous avons proposé des essais innovants mettant à profit la résistance électrique des composites à fibres de carbone renforcés par une résine thermodure pour caractériser la ténacité en température en chauffant l'éprouvette par effet Joules au travers d'un essai ENF à l'aide du banc INJECT [3]. Le recours à une approche de type FEMU a permis en outre de caractériser l'évolution de la contrainte d'amorçage en fonction de la température de manière inverse en appliquant les données expérimentales mesurées par corrélation d'images numériques. Bien que cette caractérisation ait été menée pour des températures modestes (<120°C°) et inférieures à la température de transition vitreuse, elle souligne une chute importante avec la température de la contrainte d'amorçage tandis que la ténacité y semble moins sensible. Ces travaux soulignent dans les faits la dépendance du comportement visqueux de la résine avec la température et donc de celui de l'interface qui a pu être mis en exergue par l'analyse des champs cinématiques couplés à des simulations éléments finis des essais. De manière complémentaire, des essais d'impact laser sur des composites stratifiés (essais BLADE) et sollicitant les interfaces à de plus hautes températures ont révélé suite à une analyse numérique associée que les contraintes d'amorçage nécessaires à la création des délaminages observés induisaient des seuils d'endommagement de l'ordre quelques mégapascals au-delà de la température de transition vitreuse (Fig 1).



a : Coupes 3D et contours des fissurations observées par microtomographie dans une éprouvette UD (8 plis) soumise à un flux laser de 53.7 kW/m²



b : Seuil d'endommagement en cisaillement à l'interface en fonction de la température à partir des valeurs issues de l'analyse des essais INJECT (bleu) et des essais BLADE (orange)

Fig. 1. Détermination en fonction de la température de la résistance des interfaces en combinant les essais sur les bancs INJECT et BLADE.

Il ressort de ce travail de caractérisation et de compréhension des mécanismes de tenue des interfaces à ces niveaux de température que la pression interne induite par le dégazage ne peut pas être négligée. En effet, les modèles thermiques de dégradation estiment des pressions internes de plusieurs hectopascals au niveau des interfaces, pressions qui doivent alors être ajoutées aux contraintes induites par le gradient thermique. Afin de modéliser la réponse thermique des composites soumis à un impact laser sur le banc BLADE de l'Onera, les solveurs thermiques MoDeTheC et mécanique ZéBuLoN développés en interne ont été couplés pour prévoir à l'aide du premier (i) la dégradation thermique du composite, (ii) le champ de pression interne et (iii) le champ de température au sein du matériau en tenant compte de la dilatation thermique et de l'endommagement aux interfaces estimé à l'aide du solveur mécanique (Fig. 2).

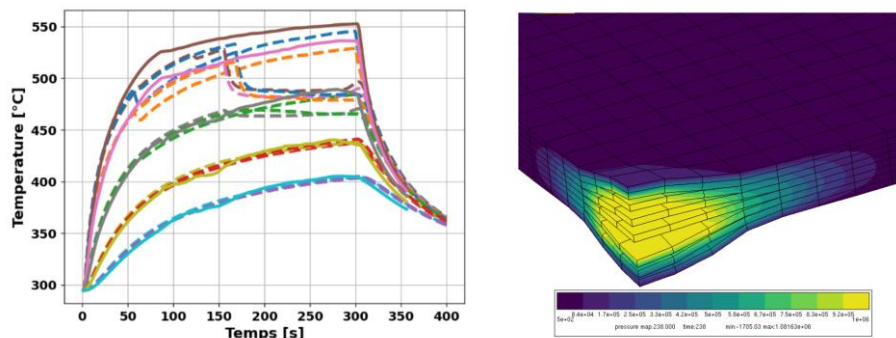


Fig. 2. Estimation de la réponse thermique en face arrière et de la fissuration par délaminage pour la simulation d'un essai BLADE de 76,2 kW.m<sup>-2</sup> sur une plaque quasi isotrope en T700/M21

Il ressort de ces premiers résultats que la caractérisation de la tenue des interfaces est très fortement dépendantes de la caractérisation du comportement thermique et thermomécanique des plis. Des approches expérimentales complémentaires sont à mettre en place pour finaliser cette caractérisation de la tenue des interfaces, mais il ressort de ce travail qu'elle ne pourra se faire sans l'apport de la simulation thermique et mécanique des essais.

## Références

- [1] A. P. Mouritz et A. G. Gibson, *Fire Properties of Polymer Composite Materials*. Springer, 2007.
- [2] G. Leplat, C. Huchette, et V. Biasi, « Thermal and damage analysis of laser-induced decomposition within carbon/epoxy composite laminates », *Journal of Fire Sciences*, vol. 34, n° 5, p. 361- 384, sept. 2016
- [3] J. P. Márquez Costa, « Caractérisation et modélisation des interfaces dans les composites organiques stratifiés à haute température : Application à la tenue au feu des structures aéronautiques », Thèse de l'ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2021.

## Démarche de caractérisation et de modélisation de la tenue d'une interface entre un composite à matrice céramique SiC/SiC et sa barrière environnementale

### *Characterization and modeling approach of the interfacial strength between SiC/SiC ceramic matrix composite material and its environmental barrier coating*

Thomas Vandellos<sup>1</sup>

<sup>1</sup> : SAFRAN Ceramics  
Plateforme technologique de SAFRAN Tech  
105 avenue Marcel Dassault, 33700 Mérignac  
e-mail : thomas.vandellos@safrangroup.com

Les matériaux composites à matrice céramique (CMC) à base de carbure de Silicium (SiC), appelés également CMC SiC/SiC, sont utilisés actuellement pour le développement de pièces de turbines de moteurs aéronautiques tels que les secteurs d'anneau de turbines haute pression dans le moteur LEAP. Ces matériaux présentent une sensibilité importante à l'environnement. En particulier, un phénomène de récession du Silicium est observé sous environnement humide, ce qui entraîne une dégradation importante du matériau. Pour l'éviter, une barrière environnementale, appelée également EBC pour Environmental Barrier Coating, est déposée en surface du CMC. Cette dernière est composée d'une fine couche de Silicium et d'une couche de silicates de terres rares, comme par exemple du Disilicate d'Yttrium (DSY). La couche de Silicium a pour fonction d'assurer la bonne adhérence du DSY sur le CMC tandis que le DSY sert de couche de protection aux espèces oxydantes.

La prévision de la tenue de l'interface CMC/EBC sous environnement oxydant est un challenge scientifique important pour proposer des pièces de turbines adaptées aux exigences aéronautiques. Il requiert de comprendre et de caractériser les mécanismes d'endommagement à différentes échelles et de mettre en place des approches de modélisation pertinentes. Aussi, l'objectif de ce travail est de proposer une démarche de caractérisation et de modélisation de la tenue d'une interface entre un composite à matrice céramique SiC/SiC et sa barrière environnementale.

A l'échelle de la rugosité de l'interface CMC/Si/DSY, cet objectif consiste dans un premier temps à déterminer les paramètres ayant une influence sur l'endommagement du système, en fonction des conditions moteurs. Comme le montrent les essais d'oxydation menés dans [1] à différentes températures ou sous différentes pressions partielles d' $H_2O$  et d' $O_2$ , la diffusion des espèces oxydantes au sein du revêtement entraîne l'oxydation de la sous-couche de Silicium qui crée une fine couche de Silice ( $SiO_2$ ), appelée également TGO (pour Thermally Grown Oxide). Notons que la création d'oxyde s'accompagne d'un gonflement volumique de 220%. La Fig. 1 illustre l'effet de ces différents paramètres sur les cinétiques de croissance de la TGO. De plus, il est connu que la température a un effet sur le comportement en fluage des constituants [2] ainsi que sur la structure cristalline de la Silice qui passe d'une phase  $\alpha$  à une phase  $\beta$  lorsque la température de 220°C est dépassée. Ce changement de structure cristalline s'accompagne également d'une modification d'un facteur 10 du coefficient de dilatation thermique qui passe de  $3E-6^{\circ}C^{-1}$  à  $3E-5^{\circ}C^{-1}$ .

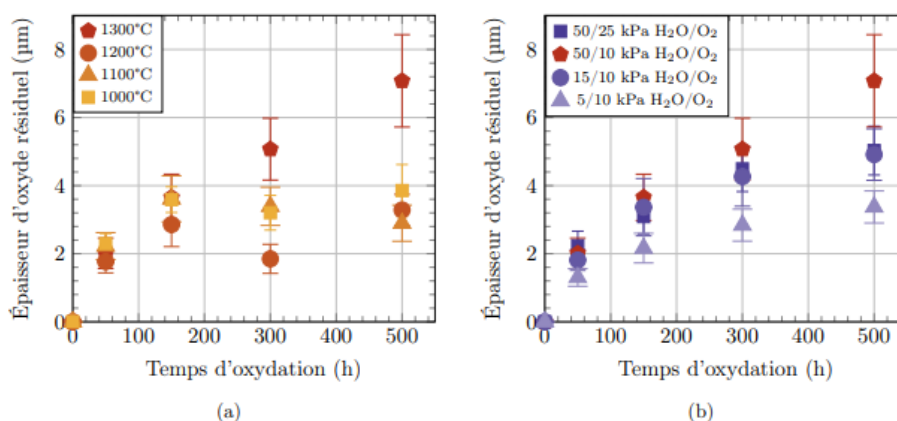


Fig. 1. Épaisseur d'oxyde résiduel (a) en fonction de la température à 50 kPa  $H_2O$ /10 kPa  $O_2$  et (b) en fonction des pressions partielles en espèces oxydantes à 1300°C [1]

Tous ces mécanismes ont un possible effet sur l'endommagement du système. C'est pourquoi une première approche de modélisation les intégrant a été proposée. Elle s'appuie sur la description dans un modèle éléments finis des différents constituants du système, de la rugosité de l'interface, de l'augmentation de l'épaisseur d'oxyde en fonction du temps (via la méthode de swelling d'Abaqus), ainsi que de la prise en compte du fluage des constituants. Cette première approche a permis de déterminer l'évolution de l'état de contrainte en fonction du temps au sein du système, comme le montre la Fig. 2. On peut ainsi observer l'augmentation de la contrainte hors-plan induite par la croissance de l'oxyde au cours du temps ainsi que l'effet du fluage sur la relaxation des contraintes dans l'EBC, comparativement à un calcul élastique.

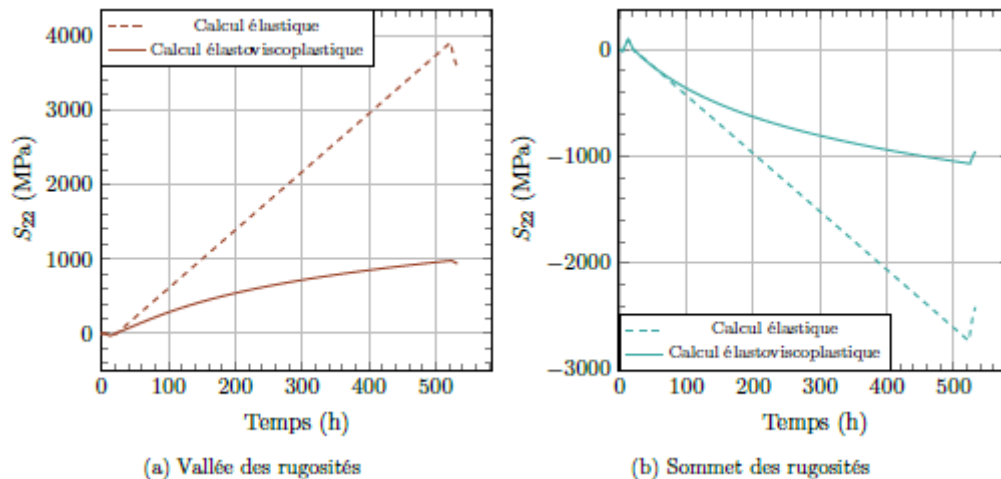


Fig. 2. Évolution de la contrainte  $S_{22}$  aux (a) vallées et (b) sommets des rugosités pour les calculs à 1000°C avec et sans prise en compte de la viscoplasticité des constituants.

Toutefois, avec cette première approche, des limites de représentativité ont également été observées pour des épaisseurs d'oxyde élevées (en particulier lié à l'interpénétration des éléments). Aussi, une seconde approche de modélisation s'appuyant sur la résolution couplée d'une équation de diffusion des espèces et des équations de la mécanique a été proposée via le développement d'un User Element (UEL) pour ABAQUS [1]. Ce UEL prend également en compte, via la méthode phase-field et des éléments AFEM (Augmented Finite Element Model), la transformation de Silicium en Silice au sein d'un même élément lors de l'oxydation. Ce choix d'élément permet de décrire la variation volumique de 220% de la Silice sans pour autant générer des contraintes élevées au sein de l'élément grâce à l'enrichissement de l'élément à l'interface entre les deux matériaux. Cette approche, bien que plus coûteuse, semble être plus pertinente pour définir les états de contraintes induits par l'oxydation. Plusieurs cas de comparaison seront proposés pour évaluer l'apport de cette nouvelle approche.

La compréhension des mécanismes à l'échelle de la rugosité est une étape indispensable à la prévision de la durée de vie des pièces en CMC mais ne semble pas suffisante. En effet, il apparaît également important de traduire ces effets à l'échelle de la pièce et de comprendre à partir de quel état d'endommagement macroscopique la tenue de la pièce s'avère dégradée. Pour cela, des caractérisations à l'échelle macroscopique sont nécessaires afin de déterminer la résistance interfaciale et la ténacité de l'interface entre le CMC et son revêtement. Ainsi, le second objectif de ce travail est de proposer deux types d'essais adaptés à la caractérisation de ces propriétés intrinsèques à l'interface CMC/EBC.

Le premier essai permet de remonter à une valeur de résistance interlaminaire en s'appuyant sur l'application d'un gradient thermique sur un coupon bilame CMC/EBC [3] via un banc laser multi-instrumenté d'une caméra infrarouge et de capteurs d'émission acoustique. Ces données permettent de détecter l'apparition des endommagements au cours d'un essai. De plus, les champs thermiques mesurés sont utilisés en conditions aux limites d'un modèle éléments finis pour déterminer les valeurs des contraintes interlaminaires associées à l'amorçage du délaminage. La Fig. 3 illustre le banc d'essai utilisé, le champ thermique imposé en surface par le laser et le délaminage de l'interface observé post-mortem.

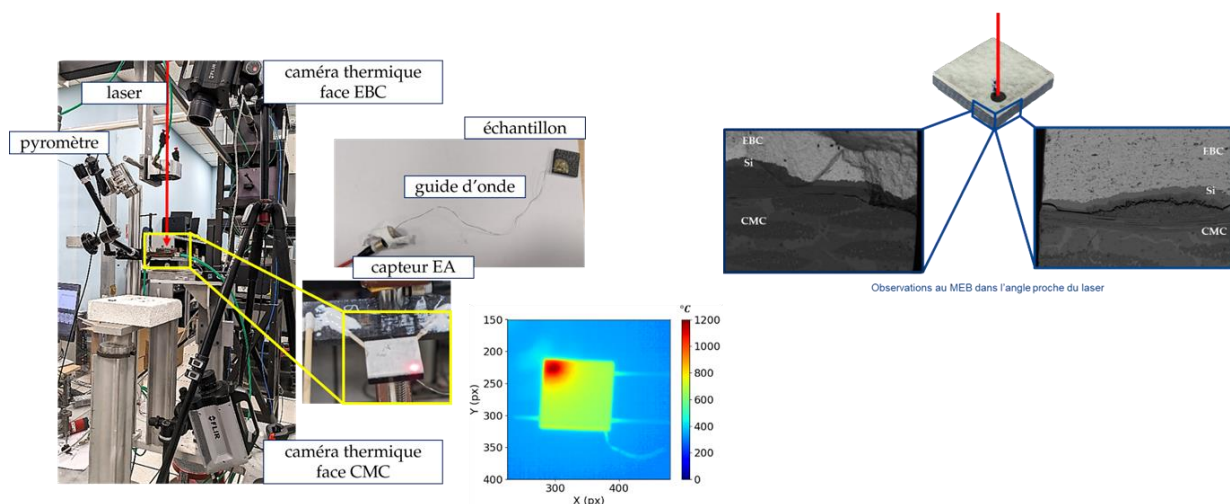


Fig. 3. Photographie du banc laser multi-instrumenté, du champ thermique imposé en surface de l'EBC et du délaminage obtenu en coin d'échantillon.

Le second essai permet d'établir, à différentes températures, une fissuration dans le revêtement qui bifurque et se propage à l'interface CMC/EBC [4-5]. Cet essai est également multi-instrumenté de caméras optiques et de capteurs d'émission acoustique dans le but de déterminer la longueur des fissures se propageant à l'interface. En intégrant ces longueurs de fissures de façon explicite dans un modèle éléments finis ayant pour conditions aux limites les champs de déplacement mesurés par les caméras optiques, il est alors possible de caractériser les valeurs des ténacités de l'interface CMC/EBC.

En conclusion, à partir de ces données matériaux macroscopiques, et de la compréhension des cinétiques de dégradation du système à l'échelle de la rugosité, il apparaît possible de proposer une démarche multi-échelle permettant de modéliser l'endommagement de l'interface CMC/EBC sur pièces et de prévoir la durée de vie de ces dernières.

## Remerciements

Ce travail a été réalisé dans le cadre du projet ATLAAS, projet de recherche co-financé par l'ONERA, la DGAC et le groupe SAFRAN et impliquant l'ONERA, le CNRS et le groupe SAFRAN.

## Références

- [1] L. Quemeras « Comportement et modélisation du système CMC/EBC sous sollicitations thermochimiques et mécaniques des moteurs aéronautiques », Ph.D. thesis, Université de Bordeaux, 2024.
- [2] B. Richards, D. Zhu, L. Ghosn, H. Wadley « Mechanical properties of air plasma sprayed Environmental Barrier Coatings (EBC) materials », in : International Conference and Expo on Advanced Ceramics and Composites, 2015.
- [3] P. Bertrand « Etude du comportement d'interface d'une barrière environnementale sur composite à matrice céramique », Ph.D. thesis, Université de Paris-Saclay, 2024.
- [4] P. Bertrand, C. Huchette, T. Archer, T. Vandellos, F. Hild « Determination of interfacial fracture energy of an environmental barrier coating on ceramic matrix composite substrate », *Journal of the European Ceramic Society* Vol. 45 n° 2, 2025.
- [5] P. Bertrand, C. Huchette, T. Archer, T. Vandellos, F. Hild « Identification of the interfacial fracture energy at high temperature of an environmental barrier coating on a ceramic matrix composite », *Engineering Fracture Mechanics* Vol. 330, 2025.

## Essais de fragmentation : caractérisation et modélisation de l'interface fibre/matrice

### *Fragmentation tests: characterisation and modelling of the fibre/matrix interface*

Quentin Drouhet<sup>1</sup>, Samuel Pomies<sup>2</sup>, Fabienne Touchard<sup>3</sup>, Laurence Chocinski-Arnault<sup>3</sup>

1 : Centre Technologique Nouvelle-Aquitaine Composites & Matériaux Avancés (CANOE)  
Bât Cheminnov – ENSMAC, 16 avenue Pey Berland, 33600 Pessac, France  
e-mail : drouhet@plateforme-canoe.com

2 : École d'Ingénieurs SeaTech  
Université de Toulon  
Avenue de l'Université, 83130 La Garde  
e-mail : samuel.pomies@gmail.com

3 : Département Physique et Mécanique des Matériaux (PMM)  
Institut Pprime, Université de Poitiers, ISAE-ENSMA  
1 avenue Clément Ader, 86961 Futuroscope Chasseneuil, France  
e-mail : laurence.chocinski@ensma.fr, fabienne.touchard@ensma.fr

L'interface fibre/matrice des matériaux composites peut être définie comme étant la frontière entre les renforts et le polymère, possédant ses propres propriétés mécaniques et physico-chimiques, assurant ainsi le maintien des fibres au sein de la matrice polymère ainsi que le transfert des charges mécaniques [1]. Divers moyens expérimentaux peuvent permettre d'améliorer les mécanismes d'adhésion interfaciaux. Cependant, il paraît essentiel de caractériser finement le comportement mécanique de l'interface fibre/matrice afin d'utiliser les outils adaptés en vue de son amélioration. L'objectif de cet article est de présenter, d'une part, les avancées en termes de modélisation numérique du comportement mécanique de l'interface fibre/matrice et, d'autre part, de donner quelques valeurs de contraintes maximales de cisaillement à l'interface (IFSS : *InterFacial Shear Strength*) obtenues par des essais mécaniques de fragmentation pour divers couples fibre/matrice.

L'essai de fragmentation est un essai mécanique permettant de caractériser la qualité d'adhésion à l'interface fibre/matrice dans des éprouvettes de polymère du type haltère, renforcées par un unique filament, positionné au centre [2]. Cette éprouvette, dite mono-filamentaire, est sollicitée en traction à une vitesse de déformation adaptée au couple fibre/matrice. Durant l'essai de fragmentation, la contrainte à rupture du filament est une première fois atteinte et crée une première fragmentation. Cette rupture entraîne une redistribution des contraintes au voisinage du filament ce qui permet à nouveau d'atteindre, à un autre endroit le long du filament, la contrainte à rupture de celui-ci. Ce phénomène se reproduit jusqu'à aboutir à la saturation en nombre de fragments et conduire à la rupture complète de l'éprouvette mono-filamentaire. La qualité d'adhésion à l'interface fibre/matrice est ensuite déterminée par des observations au microscope optique (mesure des longueurs de fragments  $l_f$ ), connaissant au préalable le diamètre du filament  $\phi$  et sa contrainte à rupture en traction  $\sigma_r$ . L'équation 1 (Eq. 1) permet alors de calculer la contrainte maximale de cisaillement à l'interface fibre/matrice.

$$IFSS = \frac{\phi * \sigma_r(l_c)}{2 * l_c} \quad (\text{Eq. 1})$$

avec  $l_c$  la longueur critique des fragments retenue après analyse statistique de Weibull sur les longueurs de fragments  $l_f$  [3-4] et  $\sigma_r(l_c)$  la contrainte à rupture d'un filament de longueur  $l_c$  issue de la contrainte à rupture en traction  $\sigma_r$  et définie par l'équation 2 (Eq. 2) [5].

$$\sigma_r(l_c) = \sigma_r * \left(\frac{l_0}{l_c}\right)^{\frac{1}{\alpha_w}} \quad (\text{Eq. 2})$$

où  $l_0$  est la longueur utile d'une éprouvette de traction sur filament (en général égale à 10 mm) et  $\alpha_w$  est le facteur de forme de la fonction de distribution de Weibull sur les valeurs de contrainte à rupture du filament testé.

Dans cette étude, des essais mécaniques de fragmentation ont été effectués. Pour cela, différentes éprouvettes de fragmentation ont été fabriquées à CANOE. Deux matrices polymères ont été retenues : un système époxy SR810/SD8824 (InfuGreen) de la société Sicomin et une résine liquide thermoplastique (Elium®) de la société Arkema. Divers types de

renfort ont été étudiés tels que des fibres de carbone commerciales, des fibres de carbone biosourcées fabriquées par CANOE, des fibres de cellulose (polymère naturel) ou encore des fibres végétales.

Un modèle numérique sur Abaqus a également été développé pour simuler l'essai de fragmentation, basé sur les travaux de Guillebaud-Bonnaïfous *et al.* et Wang *et al.* [6-7]. Il est constitué de deux phases (Fig. 1) :

- un filament de carbone, considéré cylindrique, de diamètre égal à  $7\ \mu\text{m}$  et possédant un comportement mécanique élastique linéaire avec des paramètres issus d'essais de traction expérimentaux,
- une matrice polymère possédant les caractéristiques mécaniques et physiques d'une résine époxy également caractérisée par des essais mécaniques en traction.

Afin de simuler le comportement mécanique à l'interface fibre/matrice, le contact entre la fibre et la matrice a été défini comme étant un contact cohésif, permettant ainsi une rupture – une décohésion – à l'interface au-delà de critères mécaniques en cisaillement et énergétiques. Une étude préliminaire a permis d'optimiser le maillage du modèle au voisinage de la fibre et de valider la pertinence d'un modèle numérique en deux dimensions. Le comportement mécanique de la fibre de carbone et celui de la matrice époxy utilisés dans le modèle sont donnés dans le Tableau 1 et les paramètres liés au contact cohésif interfacial sont donnés dans le Tableau 2. Ces derniers ont été choisis en se basant sur les travaux de Lui *et al.* [8] pour les valeurs de contraintes ( $T_n$  et  $T_t$ ) et sur ceux de Benzeggagh et Kenane [9] pour les valeurs énergétiques ( $G_n$  et  $G_t$ ).

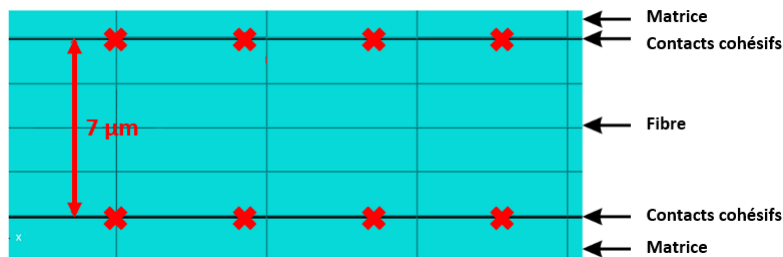


Fig. 1. Représentation 2D du modèle numérique (zoom sur la fibre).

|                        | Fibre de carbone   | Matrice époxy    |
|------------------------|--------------------|------------------|
| Loi de comportement    | Élastique isotrope | Élasto-plastique |
| Module d'Young         | 220 GPa            | 3,142 GPa        |
| Coefficient de Poisson | 0,27               | 0,385            |
| Densité                | 1,8                | 1,17             |

Tab. 1. Comportement mécanique de la fibre de carbone et de la matrice époxy dans le modèle numérique.

| Type d'interface                                       | Contact cohésif      |
|--------------------------------------------------------|----------------------|
| Raideur                                                | $10^8$ GPa/m         |
| Contrainte maximale axiale ( $T_n$ )                   | 50 MPa               |
| Contrainte maximale de cisaillement ( $T_t$ )          | 70 MPa               |
| Énergie de fracture critique axiale ( $G_n$ )          | $2\ \text{J.m}^{-2}$ |
| Énergie de fracture critique de cisaillement ( $G_t$ ) | $6\ \text{J.m}^{-2}$ |

Tab. 2. Paramètres mécaniques liés au contact cohésif interfacial dans le modèle numérique.

Diverses simulations et essais mécaniques de fragmentation ont été menées. La Figure 2 donne une comparaison entre une observation des fragments au microscope optique en lumière polarisée et une cartographie des déformations de cisaillement obtenue par la simulation pour une éprouvette de fragmentation carbone/époxy. Le cliché de la Figure 2.a a été obtenu grâce au caractère biréfringent de la résine époxy : les lignes colorées correspondent à des niveaux de contraintes présents au voisinage des fragments. La Figure 2.b montre le champ de contrainte de cisaillement simulé en présence de trois fragmentations. Sur ces deux figures (Figs. 2.a et 2.b), un fort gradient de contrainte est observé à la fois dans la matrice à proximité de la fibre et en périphérie du filament. L'hypothèse de contacts cohésifs entre la matrice et le filament semble être pertinente.

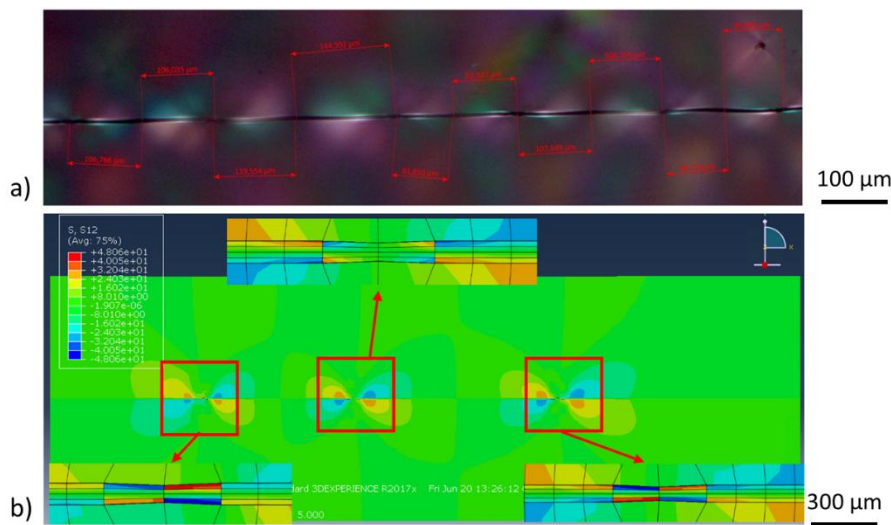


Fig. 2. Pour un composite mono-filamentaire carbone/époxy : a) observation au microscope optique de fragments et b) cartographie des déformations de cisaillement en présence de trois fragmentations.

La suite de l'étude a permis de mesurer expérimentalement quelques valeurs d'IFSS pour différents couples fibre/matrice. La Tableau 3 montre les valeurs obtenues à iso-matrice (InfuGreen) pour différents filaments, d'origine et de nature variées. Dans le cadre de ces expérimentations, CANOE a fabriqué des fibres de carbone à partir de précurseurs polymères pétro-sourcés (PAN) et biosourcés (cellulose). L'étude s'est également intéressée à mesurer des valeurs d'IFSS pour des couples fibre/matrice à base de filaments naturels (cellulose) et végétaux (kénaf). Il a été constaté que l'interface fibre/matrice est du même ordre de grandeur pour des filaments de carbone à base de PAN commercial (T300) et fabriqués par CANOE. Un abaissement significatif de la valeur d'IFSS est observé pour un couple carbone ex-cellulose/époxy. Cela s'explique par une contrainte à la traction du filament abaissée par rapport à celle d'un filament de carbone ex-PAN commercial ou fabriqué par CANOE. Aussi, dans cette étude, les fibres de carbone ex-cellulose fabriquées par CANOE n'ont pas d'ensimage. Ces résultats montrent l'intérêt de l'application d'un ensimage adapté à la matrice dans un composite tout en conservant des propriétés mécaniques en traction élevées (Eqs. 1 et 2). Dans le cas des fibres naturelles de cellulose, les filaments fabriqués par CANOE semblent avoir une meilleure affinité avec la résine époxy InfuGreen par rapport aux filaments commerciaux (Tab. 3). En ce qui concerne les valeurs d'IFSS sur éprouvettes à base de filament naturel végétal, il a été constaté une nette augmentation de la qualité d'adhésion à l'interface entre le couple kénaf/époxy et chanvre/époxy (ici, aucun traitement de surface n'a été appliqué). On peut également remarquer que, malgré des propriétés mécaniques en traction plus faibles, le filament de chanvre, noyé dans de la résine époxy, admet une contrainte de cisaillement interfacial semblable à celle du filament de carbone fabriqué à partir d'un précurseur cellulose.

| Filament              |                   | Source      | Contrainte $\sigma_r(l_0)$ (MPa) | IFSS (MPa)      |
|-----------------------|-------------------|-------------|----------------------------------|-----------------|
| Nom                   | Nature            |             |                                  |                 |
| T300 ensimé           | Carbone           | Commerciale | 3530                             | $86,8 \pm 8,7$  |
| Carbone ex-PAN ensimé | Carbone           | CANOE       | $3833 \pm 341$                   | $70,3 \pm 16,6$ |
| Carbone ex-cellulose  | Carbone biosourcé | CANOE       | $1757 \pm 201$                   | $40,7 \pm 2,3$  |
| Cellulose             | Polymère          | Commerciale | $365 \pm 26$                     | $18,9 \pm 2,1$  |
| Cellulose             | Polymère          | CANOE       | $402 \pm 34$                     | $29,4 \pm 2,9$  |
| Kénaf                 | Végétale          | Autre       | $325 \pm 143$                    | $11,3 \pm 2,2$  |
| Chanvre               | Végétale          | [10]        | $120 \pm 81$                     | $35,5 \pm 6,4$  |

Tab. 3. Exemples de valeurs d'IFSS obtenues à partir de tests de fragmentation sur des éprouvettes mono-filamentaires à matrice époxy InfuGreen avec différents renforts.

Cette étude a montré l'intérêt d'utiliser le test de fragmentation pour caractériser l'interface fibre/matrice dans différents types de composites. Les résultats montrent que la contrainte de cisaillement à l'interface fibre/matrice est pilotée par un grand nombre de paramètres tels que la résistance à la traction du renfort, son traitement de surface, sa nature, etc. Le modèle développé avec des contacts cohésifs à l'interface fibre/matrice permet de retrouver les champs de contrainte observés expérimentalement. Dans la suite, on pourra faire varier le comportement mécanique des différentes phases du matériau : le polymère, le renfort et l'interface fibre/matrice dans le modèle pour simuler les différents composites étudiés.

## Remerciements

Cette étude est issue d'une collaboration entre l'Institut Pprime et CANOE dans le cadre de son programme de recherche interne. Les auteurs remercient également Éric Lainé pour sa contribution pour la partie numérique de l'étude.

## Références

- [1] J.-K. Kim et Y.-W. Mai, *Engineered Interfaces in Fiber Reinforced Composites*, Elsevier Science Ltd., 1998.
- [2] A. Kelly et W. R. Tyson, « Tensile Properties of Fiber-Reinforced Metals: Copper/Tungsten and Copper/Molybdenum », *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* Vol. 13 n° 6, pp. 329-338, 1965.
- [3] T. Ohsawa *et al.*, « Temperature dependence of critical fiber length for glass fiber-reinforced thermosetting resins », *Journal of Applied Polymer Science* Vol. 22 n° 11, pp. 3203-3231, 1978.
- [4] W. Weibull, « A Statistical Distribution Function of Wide Applicability », *Journal of Applied Mechanics*, Vol. 18 n° 3, pp. 293-297, 1951.
- [5] N. E. Zafeiropoulos, « On the use of single fibre composites testing to characterise the interface in natural fibre composites », *Composite Interfaces*, Vol. 14 n° 7-9, pp. 807-820, 2007.
- [6] C. Guillebaud-Bonnafe *et al.*, « Experimental and numerical investigation of the interface between epoxy matrix and hemp yarn », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Vol. 43 n° 11, pp. 2046-2058, 2012.
- [7] X. Wang *et al.*, « Finite element simulation of the failure process of single fiber composites considering interface properties », *Composites Part B: Engineering*, Vol. 45 n° 1, pp. 573-580, 2013.
- [8] Q. Liu *et al.*, « When does nanotube grafting on fibers benefit the strength and toughness of composites? », *Composites Science and Technology*, Vol. 188, p. 107989, 2020.
- [9] M. L. Benzeggagh et M. Kenane, « Measurement of mixed-mode delamination fracture toughness of unidirectional glass/epoxy composites with mixed-mode bending apparatus », *Composites Science and Technology*, Vol. 56 n°4, pp. 439-449, 1996.
- [10] Q. Drouhet *et al.*, « Analyse multi-échelle des effets de la fatigue hydrique sur le comportement mécanique et les mécanismes d'endommagement de composites à renfort de chanvre », Ph.D. thesis, ENSMA Poitiers, 2023.

## Identification inverse des propriétés à rupture d'interfaces aluminium epoxy

### *Inverse identification of interfacial fracture properties in aluminum–epoxy adhesive Joints*

P. Bidaud<sup>1\*</sup>, N. Carrere<sup>1</sup>, E. Lolive<sup>2</sup>, T. Bonnemains<sup>2</sup>

1 : IRDL, UMR CNRS 6027, Ensta Bretagne, F-29200 Brest, France  
e-mail : [pierre.bidaud@ensta.fr](mailto:pierre.bidaud@ensta.fr), [nicolas.carrere@ensta.fr](mailto:nicolas.carrere@ensta.fr)

2 : IRDL, UMR CNRS 6027, UBO, F-29200 Brest, France  
e-mail : [thomas.bonnemains@univ-brest.fr](mailto:thomas.bonnemains@univ-brest.fr), [eric.lolive@univ-brest.fr](mailto:eric.lolive@univ-brest.fr)

#### ABSTRACT

From the same authors, a dedicated four-point bending tests was developed in order to optimize crack initiation at the interface of adhesively bonded assemblies [1]. In this work, based on the Coupled Criterion (CC) the authors propose to investigate the failure mechanisms in order to characterize the failure properties of the interface of an aluminum– epoxy adhesive joint. Full-field displacement measurements obtained by digital image correlation (DIC) are combined with finite element simulations to perform an inverse analysis of the CC at the interface. This approach enables the back-calculation of the two key parameters governing interfacial failure: critical stress and the critical energy release rate. The coupled criterion is identified by minimizing the discrepancy between experimental displacement fields and numerical predictions, ensuring that both initiation and propagation are consistent with the Linear Elastic Fracture Mechanics. Results demonstrate that inverse identification method proposed yields robust and physically meaningful fracture parameters, thereby improving the predictive capabilities of numerical models for adhesively bonded structures.

**Keywords:** Assemblies; Adhesive; Interface; Fracture mechanics; Failure initiation

#### Introduction

Considering adhesively bonded assembly characterization, most of the standard tests define the failures occurring at an interface as non-conform. Therefore, most of the results in the literature concerns failure within the adhesive defined as “cohesive”. Thus, tests designed to characterize “adhesive” failure properties, remains a few. Based on the work of Roche et al., which lead to the development of the only standard for the characterization of interfaces [2], bending tests were carried to assess failure initiation at the interface [3-4]. Concerning fracture mechanics, using a four-points bending test, Zebar et al. developed a notched specimen in order to characterize crack propagation of different metal-adhesive samples [5] in a single interface configuration. The work proposed here considers both crack propagation and initiation for configurations including composite-adhesive interfaces. A dedicated test and a numerical methodology to characterize these interface properties are proposed.

#### Experimental configuration

Unlike the sample proposed by the standard test [2], the tested configuration has a second substrate and a thin adhesive joint. The aim was to reproduce industrial bonding processes fitted to thin film adhesives. All the specimens were assembled using a dedicated bonding device in order to have the required precision on the dimensions. The samples were constituted with an epoxy based adhesive and 7075 aluminum alloy substrates. The interface studied is the upper one and the lower substrate thickness must be adapted to the properties of the adhesive in order to localize the failure to the upper interface.

A bending test using 4 rollers was preferred for the flexibility of its configuration introducing a second upper roll and a new parameter (LB) defining the distance between the two upper rolls. The previous work [1], performed using 2D Finite Element Model and based on the CC permit to optimize the loading and the geometry (in particular the thickness of the lower substrate), to achieve interfacial failure for the adhesive/substrates couples chosen. In this work the hypothesis of 2D plane strain is assumed as it simplifies the CC in its application and sum up the crack length evolution as a scalar (defining the distance of the crack tip from the singularity). This approximation is commonly performed for the study of adhesively bonded structures and permit to have good agreements with the experimental results [4,6]. For this study two campaigns of four samples were conducted on 2 different aluminum substrates. These tests were performed driven in displacement using an electrical testing machine.

From the global mechanical response, load-drop events can be observed in the force–displacement curves. For some specimens these events are barely distinguishable, while for others they are clearly identifiable. For each sample, these events are associated with the evolution of cracks along the interfaces of the assembly.

Using a combined approach based on Digital Image Correlation (DIC) and Finite Element Models (FEM) of the test, crack evolution is tracked during loading with an accuracy of 0.5 mm. This indirect measurement is performed every

---

second on both sides of the specimen to capture, in terms of crack length, as many of the global events as possible. The results obtained with this protocol are presented in Figure 1.

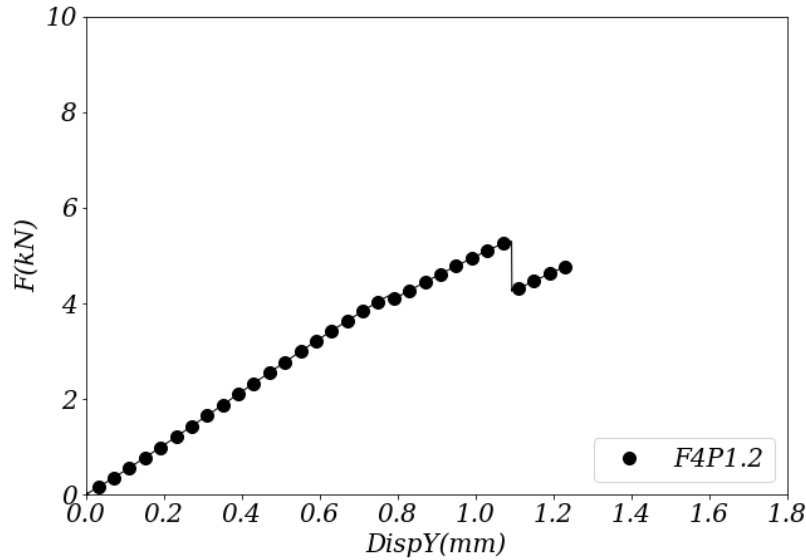


Figure 1 : Behavior in evolution of force ( $F$ ) and displacement ( $DispY$ ) applied to the rolls of the 4 points bending device on the test F4P1.2 : global behavior and crack length associated.

#### Inverse methodology

To identify the two properties associated with interfacial failure namely the critical stress and the critical energy release rate—the experimental inputs used are the measured failure load and the corresponding crack length. The proposed methodology relies on an inverse identification combining **the coupled criterion (CC) with** an energetic balance. Building on their previous studies, the authors rely on the application of the CC to characterize failure initiation. This criterion allows to predict a failure load from a given set of critical stress and critical energy release rate. In the present work, the authors aim to extend the analysis to the crack propagation process. By defining the conditions governing crack stability and the associated crack kinetic energy balance, the experimentally measured crack length is interpreted as an arrest length. By minimizing the discrepancy between experimental and numerical results for both the failure load and the crack arrest length, a consistent set of failure parameters can be determined (Figure 2).

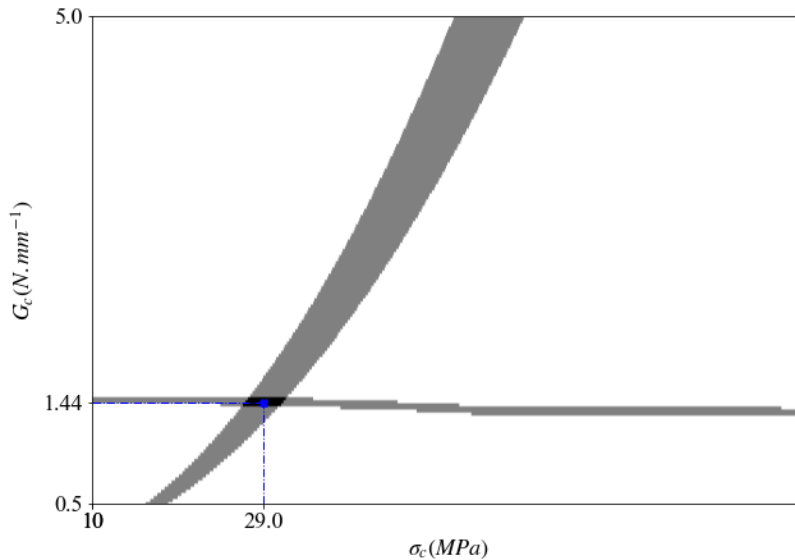


Figure 2 : Valleys of minima in the experimental vs numerical results comparison, set of critical stress and critical energy release rate obtained for the test F4P1.2.

Following this methodology, results of 8 specimens from 2 campaigns are plotted in Figure 3. These two campaigns were performed on two different aluminum alloys substrates: Aluminum 2017 (Al2017) and Aluminum 7075 (Al7075).

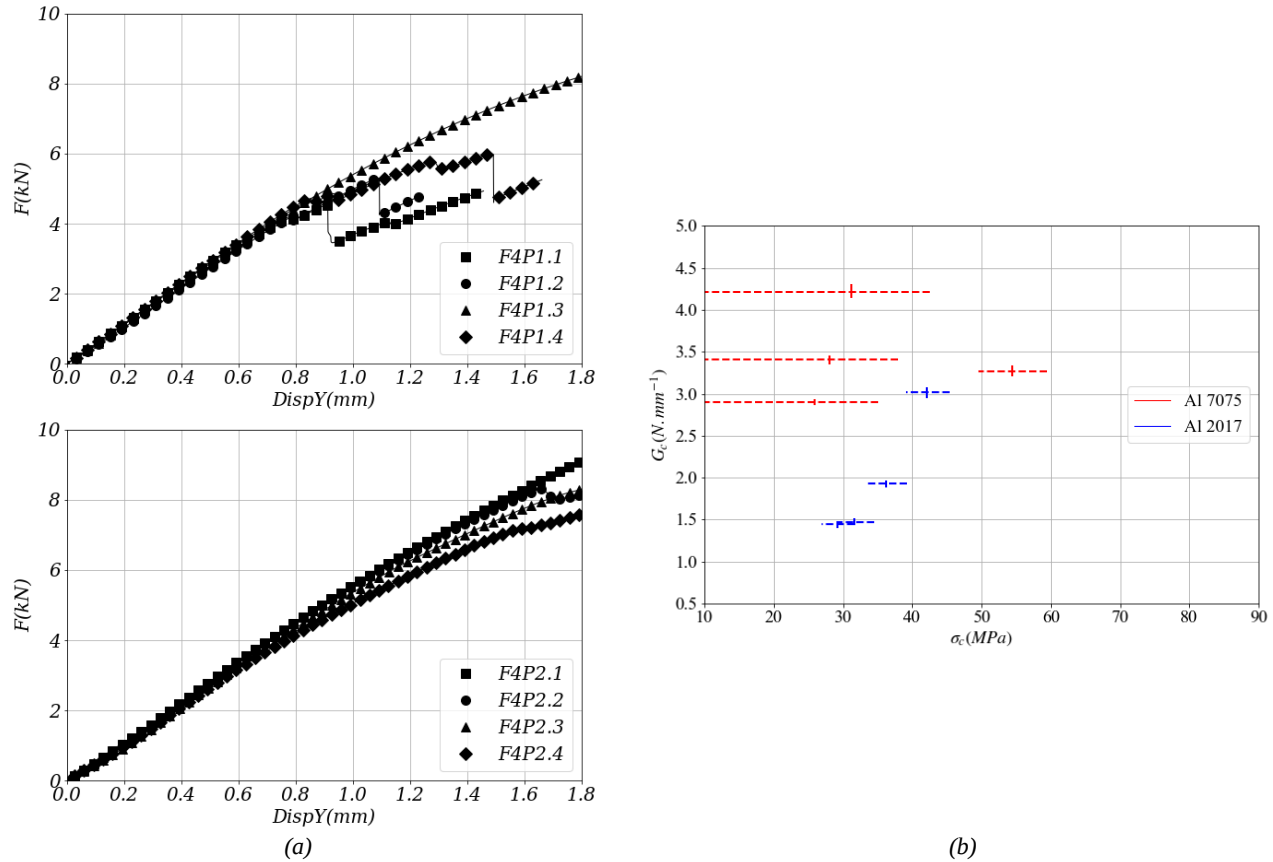


Figure 3: Overview of the results obtained on the two experimental campaigns: global behaviors in force (F) and applied displacement to the rolls (DispY) (a), set of critical stresses and critical energy release rates solutions of the optimization (b).

## Conclusion

In order to characterize the mechanical properties of adhesively bonded assembly, experimental tests were carried out. The sample were made of aluminum substrates bonded with epoxy based bicomponent adhesives. Some load drops in the experimental load-displacement curves or evolution in local measurements, associated to a precise quantification of the crack length could permit to evaluate interfacial failure properties. The crack length associated to crack initiations during the experimental test are compared to the coupled criterion values. An inverse identification is then possible in order to characterize the interface properties.

## Références

- [1] Bidaud P., Bonnemains T., Lolive E. & Carrère N. (2025). A Coupled Criterion-Based Approach to Develop an Adherence Test for Adhesively Bonded Joints. *Engineering Fracture Mechanics*, 327, 111493.
- [2] ISO 14679, Adhesives – measurement of adhesion characteristics by a three-point bending method, 1997.
- [3] Sauvage JB, Aufray M, Jeandrau JP, Chalandon P, Poquillon D, Nardin M, Using the 3-point bending method to study failure initiation in epoxide-aluminium joints, *IJAA* 2017.
- [4] Birro TV, Aufray M, Paroissien E., Lachaud F., Assessment of the interface failure behaviour for brittle adhesive using the three points bending test, *IJAA* 2021.
- [5] Zabar MEM, Hattali ML, Mesrati N, Interfacial fracture toughness measurement in both steady state and transient regimes using four-point bending test, *IJF* 2020.
- [6] A.Moradi, N.Carrère, D.Leguillon, E.Martin, J.-Y.Cognard, Strength prediction of bonded assemblies using a coupled criterion under elastic assumptions: Effect of material and geometrical parameters, *IJAA* 2013.

## Identification inverse des propriétés à rupture des interfaces fibre-matrice dans un composite PEEK/CF

### *Inverse identification of the fiber-matrix interface fracture properties in PEEK/CF composite*

Hugo Girard<sup>1</sup>, Milena Tosti-Umemura<sup>2</sup>, Aurélien Doitrand<sup>2</sup>, Pascal Reynaud<sup>2</sup>, Renaud Rinaldi<sup>2</sup>, Florent Dalmas<sup>2</sup>, Nathalie Godin<sup>2</sup>, Didier Long<sup>2</sup>, Jérôme Bikard<sup>3</sup>, Lise Trouillet-Fonti<sup>3</sup>

1 : I2M, CNRS UMR 5295  
Univ. Bordeaux, CNRS, Bordeaux INP  
F-33400, Talence, France  
e-mail : [hugo.girard@u-bordeaux.fr](mailto:hugo.girard@u-bordeaux.fr)

2 : MatéIS, CNRS UMR 5510  
INSA Lyon, Université Claude Bernard Lyon 1  
F-69621, Villeurbanne, France  
e-mail : [milena.umemura@insa-lyon.fr](mailto:milena.umemura@insa-lyon.fr), [aurelien.doitrand@insa-lyon.fr](mailto:aurelien.doitrand@insa-lyon.fr), [pascal.reynaud@insa-lyon.fr](mailto:pascal.reynaud@insa-lyon.fr), [renaud.rinaldi@insa-lyon.fr](mailto:renaud.rinaldi@insa-lyon.fr), [florent.dalmas@insa-lyon.fr](mailto:florent.dalmas@insa-lyon.fr), [nathalie.godin@insa-lyon.fr](mailto:nathalie.godin@insa-lyon.fr), [didier.long@insa-lyon.fr](mailto:didier.long@insa-lyon.fr)

3 : Syensqo, Axel'One  
87 Avenue des Frères Perret, CS 70061, 69192, Saint Fons, France  
e-mail : [jerome.bikard@syensqo.com](mailto:jerome.bikard@syensqo.com), [lise.trouillet-fonti@syensqo.com](mailto:lise.trouillet-fonti@syensqo.com)

La compréhension des mécanismes d'endommagement aux interfaces fibre-matrice dans les composites à fibres longues est primordiale afin de prédire la rupture de pièces composites. Ces phénomènes sont précurseurs dans le processus d'endommagement des composites et interviennent généralement pour des niveaux de chargement faibles. Globalement, des interfaces fortes provoquent une rupture plutôt brutale du composite, et plutôt progressive pour des interfaces faibles. De nos jours, les composites à matrice thermoplastique sont de plus en plus utilisés, car ils présentent des avantages en termes de recyclabilité et de réparabilité par rapport aux composites usuels à matrice thermodurcissable. Par exemple, l'utilisation de ce type de composite est croissante pour la fabrication de réservoirs de stockage sous pression. Cependant, leur utilisation reste limitée, car il existe un manque d'informations sur les micro-endommagements, notamment aux interfaces fibre-matrice. Ces endommagements peuvent conduire à des fuites du contenu lorsqu'ils coalescent [1]. Il est donc crucial de caractériser avec précision les propriétés de rupture des interfaces fibre-matrice afin de prévoir le chargement pour lequel des microfissurations peuvent apparaître, provoquer des fuites, puis entraîner la rupture du réservoir.

L'objectif de ce travail est donc d'étudier l'amorçage et la propagation de décohésions fibre-matrice dans un composite à matrice thermoplastique de type PEEK et à fibres de carbone. Pour cela, des essais de traction sur échantillons monofibre transverses sont réalisés *in situ* sous microscope électronique à balayage (MEB). À partir des images, une corrélation d'images numériques (CIN) est effectuée afin d'estimer les champs de déplacement locaux et d'alimenter un modèle numérique. Ce modèle permet d'identifier de manière inverse les propriétés de rupture des interfaces à l'aide de modèles de zone cohésive.

Les échantillons monofibres sont fabriqués en plaçant une fibre unitaire entre plusieurs films de PEEK. L'ensemble est ensuite thermocompressé afin d'obtenir le composite final. Deux types de fibres sont utilisés : une première à surface lisse et une seconde à surface rugueuse [2]. Après mise en œuvre, les échantillons sont découpés à l'emporte-pièce aux dimensions requises par la micromachine de traction. Un polissage ionique est ensuite effectué sous la zone proche de la fibre, puis un mouchetis à base de particules d'or est déposé afin de permettre la CIN.

Les échantillons sont testés en traction *in situ* sous MEB afin de suivre précisément le phénomène de décohésion se produisant à l'échelle du micromètre (voir Figure 1 pour l'échantillon à fibre lisse). La taille de la décohésion est caractérisée au cours de l'essai via son angle ( $\theta_d$ ), mesuré par rapport au centre de la fibre, et par l'ouverture ( $\delta_n$ ) de la fissure au pôle de la fibre, selon la direction du chargement (axe x) [3]. Ces caractéristiques permettent de suivre l'amorçage et la propagation de la décohésion en fonction des champs de déplacement locaux obtenus par CIN.

L'angle de décohésion peut être déterminé de manière optique en localisant les pointes de fissure, ou à partir du résidu de la CIN. L'ouverture de la décohésion est extraite du saut de déplacement selon x entre la matrice et la fibre. La Figure 2 montre l'évolution de l'angle de décohésion (bornes supérieure et inférieure) en fonction de la référence des images pour la fibre lisse. La décohésion s'amorce à partir d'un certain niveau de chargement, de manière instable jusqu'à atteindre un angle d'arrêt fini, puis se propage de façon stable à mesure que le chargement augmente.

D'un point de vue numérique, un modèle éléments finis (EF) reproduisant la microstructure est mis en place afin d'identifier, de manière inverse, les propriétés à rupture de l'interface fibre-matrice. La taille du modèle EF correspond aux dimensions couvertes par la CIN. Des éléments quadrangle linéaires sont utilisés, et un comportement élastique linéaire est considéré pour les deux matériaux.

Les champs de déplacement obtenus via la CIN sont appliqués comme conditions aux limites du modèle EF [4], afin de se rapprocher des sollicitations expérimentales exercées sur l'interface. Des modèles de zone cohésive sont ajoutés à l'interface fibre-matrice pour prédire l'amorçage et la propagation de la décohésion.

Les propriétés à rupture des zones cohésives sont ajustées itérativement de façon à minimiser l'écart entre les valeurs expérimentales et numériques de l'ouverture et de l'angle de décohésion pour les différentes images. La Figure 2 montre la variation de l'angle de décohésion en fonction des images obtenues à partir du modèle EF pour une gamme de propriétés minimisant la différence avec les résultats expérimentaux. La variation simulée reste proche de l'enveloppe expérimentale, indiquant que le processus de décohésion est correctement reproduit par le modèle.

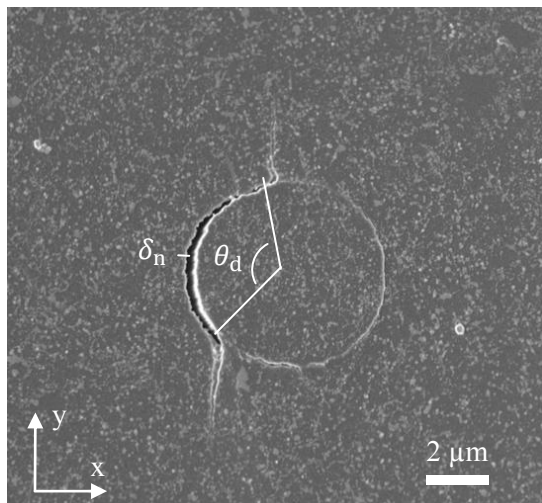


Fig. 1. Exemple de décohésion observée sous MEB avec la caractérisation de la taille de la décohésion.

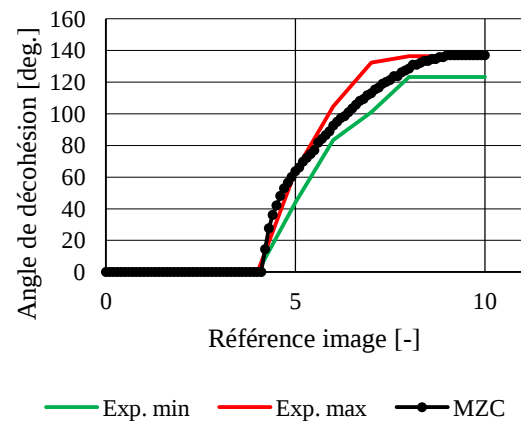


Fig. 2. Variation de l'angle de décohésion obtenu expérimentalement et via le modèle numérique.

## Références

- [1] Vereecke J., Vers une conception optimale des réservoirs composites sans liner pour le stockage cryogénique. Mécanique. Université de Bordeaux, 2024. Français.
- [2] Umemura T. M. et al., Fiber-matrix interface characterization in CF/PEEK composites by analysis of single fiber fragmentation, Composites Science and Technology, Volume 270, 2025, 111301, ISSN 0266-3538, <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2025.111301>.
- [3] Girard H. et al., Experimental characterization of in-plane debonding at fiber-matrix interface using single glass macro fiber samples, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Volume 171, 2023, 107573, ISSN 1359-835X, <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2023.107573>.
- [4] Ferian, F. et al., Evaluation of fracture properties by coupling digital image correlation and Finite Fracture Mechanics. Int J Fract 249, 66 (2025). <https://doi.org/10.1007/s10704-025-00885-9>

## Investigation de la décohésion fibre/matrice d'un composite plastique en fonction de l'environnement de sollicitation

### *Investigation of fiber/matrix decohesion of polymer-based composite as a function of environment of solicitation*

Quentin Bourgogne, Vanessa Bouchart, Pierre Chevrier, Florence Dinzart

LEM3  
Université de Lorraine, CNRS, ENIM,  
F-57070, Metz, France  
e-mail : quentin.bourgogne@univ-lorraine.fr

Le changement climatique étant l'enjeu majeur de notre époque, l'industrie automobile entreprend de profonds changements afin de limiter l'émission de gaz à effet de serre. Un des moyens pour limiter ces émissions réside dans l'allègement des structures. C'est dans ce contexte que l'utilisation de composites plastiques renforcés se démocratise, jusqu'à atteindre aujourd'hui les composants sous-capot tels que les pompes à eau de refroidissement. L'immersion permanente et les fortes variations de températures inhérentes à ces applications constituant un environnement défavorable à ce type de matériaux, les effets de cet environnement sur ces matériaux doivent être connus afin de permettre une conception fiable des composants.

L'objet de la présentation porte sur une étude du comportement mécanique expérimentale et théorique menée sur un PolyPhénylène Sulfide, renforcé à hauteur de 40% de fibres courtes de verre (PPS GF40), et sa matrice plastique.

Les variations de températures et le vieillissement hydrique du matériau ont été investigués de manière expérimentale via, premièrement, des essais de tractions monotones sur le plastique pur et sur le composite. Les résultats de ces essais ont permis l'identification des principaux phénomènes physiques à l'œuvre dans le PPS pur et responsables des évolutions de son comportement mécanique en fonction de cet environnement hydro-thermique.

Ces observations expérimentales ont permis la mise en place d'un modèle phénoménologique permettant de traduire le comportement élasto-pseudo-viscoplastique du PPS et de le prédire pour différentes températures. Les effets du vieillissement ont été intégrés au sein de ce même modèle via l'établissement d'une équivalence température/immersion [1].

A partir de l'étude réalisée sur la matrice PPS, le modèle proposé a été extrapolé à l'échelle du composite via une homogénéisation analytique de son comportement. Après comparaison avec les courbes expérimentales, il s'est avéré qu'une fois homogénéisé, le modèle proposé préservait ses bonnes capacités prédictives, surtout sur la prédiction du comportement élastique et ce, quelle que soit l'orientation des fibres. Un certain écart a cependant été observé entre la prédiction du comportement plastique et le comportement observé expérimentalement.

Une investigation via la méthode des éléments finis de la décohésion fibre/matrice par endommagement d'interphase a été menée afin d'expliquer ces différences. Cette étude numérique a montré l'existence d'une décohésion progressive de cette interphase, y compris lors d'une sollicitation monotone (Fig. 1).

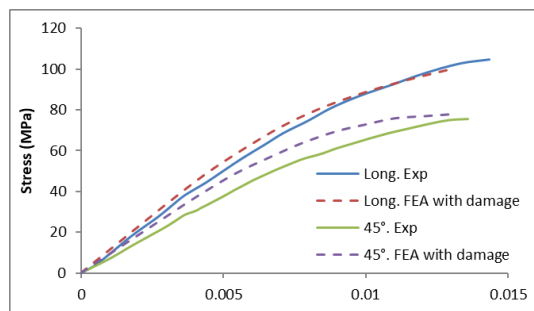


Fig. 1. Influence de l'endommagement de l'interphase fibre/matrice sur les propriétés mécaniques du composite neuf à 70°C

Ce modèle numérique a également permis l'étude des conséquences de cette fragilisation de cette cohésion fibre/matrice sur le comportement macroscopique du composite en fonction de l'orientation des fibres et de la température. Ce travail a enfin permis de mettre en exergue l'influence du vieillissement sur cette cohésion et de quantifier la perte de résistance de cette interphase induite par un tel phénomène [2].

Une généralisation de ce travail a finalement été réalisée via une étude expérimentale et analytique en sollicitation dynamique par des essais DMA. La combinaison de cette étude expérimentale avec une modélisation viscoélastique dépendante de l'absorption d'eau et de la température a permis l'étude du couplage température/vieillissement sur la résistance de l'interphase (Fig. 2)

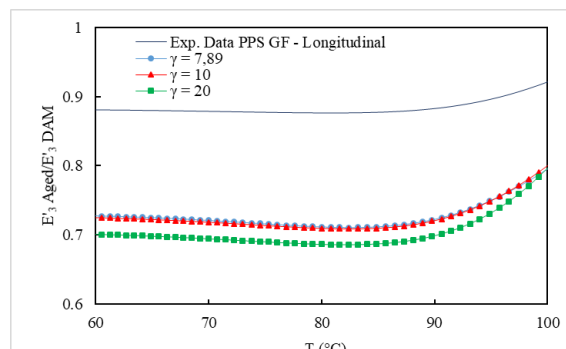


Fig. 2. Influence de l'endommagement de l'interphase fibre/matrice sur les propriétés mécaniques du composite vieilli en fonction de la température

La cartographie ainsi dressée sur un large spectre de fréquences et de température sur matériau neuf et vieilli a permis de suivre l'évolution de la perte de l'effet renforçant. Il a notamment été observé que les effets du vieillissement sur la résistance de l'interphase est plus marqué avant la température de transition vitreuse qu'après. Au-delà, les effets visqueux et thermiques compensent naturellement l'effet renforçant [3].

L'objectif de la présentation est de présenter le cheminement expérimental et théorique menant à cette étude, de détailler sa mise en place et de discuter des résultats. Une ouverture est enfin proposée autour de la suite à donner à ce travail et de techniques expérimentales pouvant permettre d'observer de manière in situ le phénomène modélisé et d'affiner l'estimation de certains paramètres utilisés.

## Références

- [1] Bourgogne, Q. C., Bouchart, V., Chevrier, P., & Dattoli, E. (2020). Influence of temperature and cooling liquid immersion on the mechanical behavior of a PPS composite: experimental study and constitutive equations. *SN Applied Sciences*, 2(3), 1-19.
- [2] Bourgogne, Q. C., Bouchart, V., Chevrier, P., & Dattoli, E. (2021). Numerical investigation of the fiber/matrix inter-phase damage of a PPS composite considering temperature and cooling liquid ageing. *SN Applied Sciences*, 3(1), 1-15.
- [3] Bourgogne, Q. C., Bouchart, V., Chevrier, P., & Dinzart, F. (2024). On the thermo-visco-elastic behaviour of neat and aged PPS composites. *International Journal of Mechanical Sciences*, 284, 109761.

## Modélisation de l'endommagement dans les joints adhésifs par des modèles d'interface imparfaite

### *Modelling damage in bonded joints using imperfect interface models*

Maria Letizia Raffa<sup>1</sup>

1 : Laboratoire EULER, ISAE-Supméca  
3 rue Fernand Hainaut, 93400 Saint-Ouen-sur-Seine  
e-mail : [maria-letizia.raffa@isae-supmeca.fr](mailto:maria-letizia.raffa@isae-supmeca.fr)

Au cours des dernières décennies, le collage structural est devenu une alternative appropriée aux techniques d'assemblage mécanique, telles que le boulonnage et le rivetage. Dans le contexte industriel, la prévision du comportement en service, à la rupture et le vieillissement des assemblages collés sous diverses sollicitations (mécaniques et environnementales) est déterminante. La difficulté de modélisation de ce type d'assemblages tient essentiellement aux épaisseurs très faibles des interphases (joints adhésifs) par rapport à l'échelle des composants assemblés. Cette finesse rend les techniques numériques telles que les éléments finis très difficiles à utiliser dans ce contexte, en particulier pour les problèmes couplés ou non linéaires. Il est donc souvent utile de s'appuyer sur des modèles analytiques multi-échelles qui permettent d'établir un lien avec les phénomènes observés expérimentalement [1].

Ce travail propose une modélisation du joint adhésif par une loi d'interface imparfaite, dérivée par des méthodes asymptotiques [2, 3]. Cette loi exprime la relation, linéaire ou non linéaire [4], entre les contraintes et les déplacements relatifs à l'interface, et décrit le comportement constitutif de l'adhésif. L'approche proposée permet de prendre en compte l'endommagement dans la loi d'interface en utilisant des schémas d'homogénéisation micromécanique [5]. En particulier, un endommagement isotrope par microfissuration est considéré et décrit par une variable scalaire dont l'évolution est régie par une loi thermodynamiquement cohérente, en fonction des sollicitations mécaniques et hygrométriques. Les paramètres de la loi d'évolution sont identifiés par recalage [6] avec des données expérimentales [7].

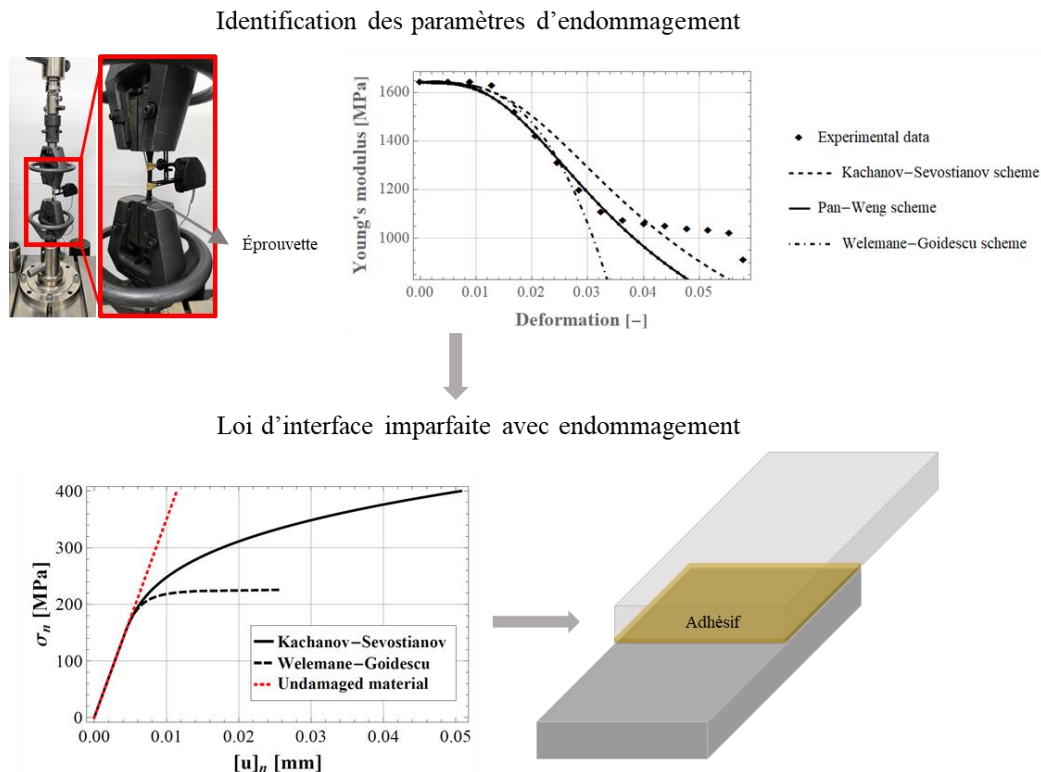


Fig. 1. Schématisation de l'approche proposée : de l'identification des paramètres de la loi d'endommagement, à la loi d'interface et son implémentation à l'échelle du joint adhésif.

La loi d'interface proposée permet de faire remonter le phénomène microscopique d'endommagement (microfissuration) à l'échelle du joint adhésif. De plus, elle peut être facilement mise en œuvre dans un cadre d'analyse par éléments finis.

## Références

- [1] L. D. Ramalho et al., « Static strength prediction of adhesive joints: A review », *Int. J. Adhes. Adhes.* Vol. 96, pp. 102451, 2020.
- [2] F. Lebon and R. Rizzoni, « Asymptotic behavior of a hard thin linear elastic interphase: An energy approach », *Int. J. Solid. Struct.* Vol. 48 n°3-4, pp. 441-449, 2011.
- [3] F. Lebon and R. Rizzoni, « Asymptotic analysis of a thin interface: the case involving similar rigidity », *Int. J. Eng. Sci.* Vol. 48 n°5, pp. 473-486, 2010.
- [4] R. Rizzoni et al., « Higher order model for soft and hard elastic interfaces », *Int. J. Solid. Struct.* Vol. 51 n°23-24, pp. 4137-4148, 2014.
- [5] M.L. Raffa et al. « A micromechanical model of a hard interface with micro-cracking damage », *Int. J. Mech. Sci.* Vol. 216, pp. 106974, 2022.
- [6] M.L. Raffa et al. « Numerical Assessment of Damage Parameters for a Hard Interface Model », *Materials* Vol. 15 n°15, pp. 5370, 2022.
- [7] N. Carpentier « Analyse hygromécanique de l'endommagement des assemblages métal/composite : modélisation et expérimentation à la micro/méso-échelle », Ph.D. thesis, CY Cergy Paris Université, 2026.

# Modélisation multi-échelle à champs complets intégrant les mécanismes de décohésion des interfaces fibre-matrice dans les composites thermoplastiques renforcés de fibres courtes

## *Full-field multi-scale modeling embedding fiber-matrix interfaces in short fiber reinforced thermoplastics*

Francis Praud<sup>1</sup>, Konrad Schneider<sup>2</sup>

1 : Arts et Métiers Institute of Technology, CNRS, Université de Lorraine, LEM3-UMR 7239  
4 rue Augustin Fresnel, 57078 Metz, France  
email : francis.praud@ensam.eu

2 : Institute of Structural Mechanics in Lightweight Design, Hamburg University of Technology  
Eißendorfer Str. 40, 21073 Hamburg, Germany  
e-mail : konrad.schneider@tuhh.de

Les composites thermoplastiques renforcés de fibres courtes, grâce à leurs bonnes propriétés mécaniques associées à de faibles masses volumiques, présentent un intérêt évident pour l'industrie des transports. Malgré cela, le comportement mécanique de ce type de composite reste difficile à appréhender, rendant leur utilisation encore marginale dans les applications structurales. En effet, le comportement mécanique de ces composites est fortement influencé par la microstructure, ainsi que par les mécanismes d'endommagement couplés à la rhéologie de la matrice thermoplastique.

Afin d'apporter un maximum d'éléments de compréhension quant au comportement mécanique de ce type de composite, cette contribution propose une stratégie de modélisation multi-échelle à champs complets dédiée aux composites thermoplastiques renforcés de fibres courtes. Par rapport aux études précédentes [1,2], le principal apport de cette contribution réside dans l'incorporation de modèles de zone cohésive dans les analyses multi-échelles, afin de tenir compte des mécanismes de décohésion des interfaces fibre-matrice. D'un point de vue théorique, le rôle qu'une zone cohésive joue au sein d'un Volume Élémentaire Représentatif (VER) est ainsi mis en évidence dans le cadre de l'homogénéisation périodique.

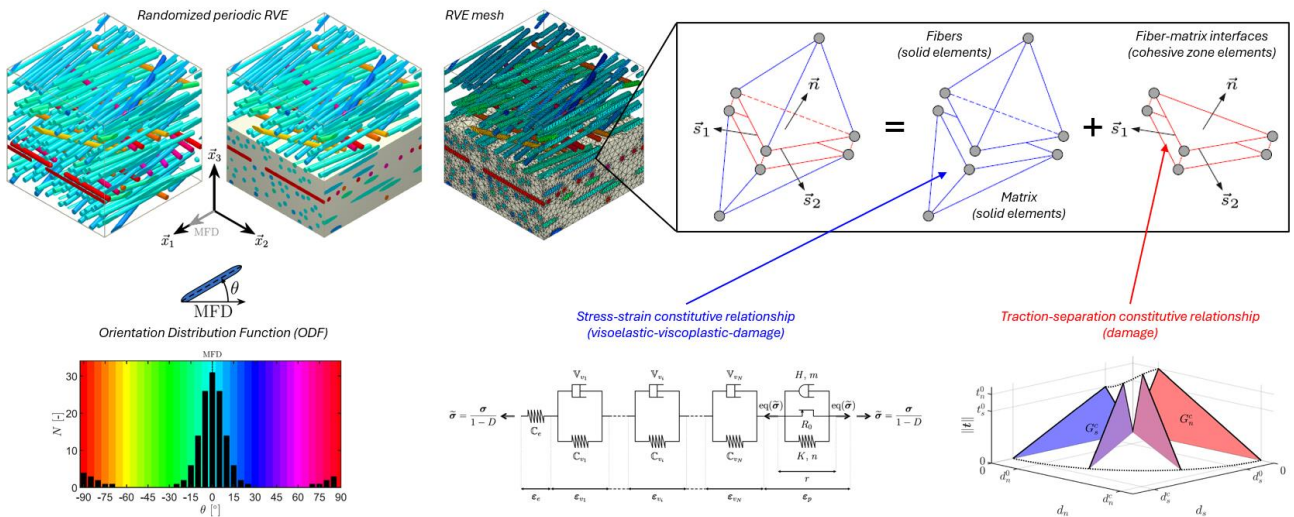


Fig. 1. Volume Élémentaire Représentatif (VER) d'un composite à matrice thermoplastique renforcée de fibres courtes.

Comme le montre la Fig. 1, ce cadre étendu est alors appliqué au cas des composites thermoplastiques renforcés de fibres courtes via un algorithme de génération de VERs périodiques dans lesquels les fibres sont positionnées aléatoirement [3,4] et orientées selon une ODF (Orientation Distribution Function). Vient ensuite la génération d'un maillage conforme du VER incluant, en plus des éléments solides, des éléments de zone cohésive au niveau des interfaces fibre-matrice. L'ensemble du processus étant entièrement automatisé, ce dernier peut être aisément répété un grand nombre de fois afin d'inclure une représentation statistique de résultats et ainsi vérifier la représentativité du VER considéré. À l'échelle

microscopique, si les fibres sont supposées élastiques, le comportement de la matrice thermoplastique est quant à lui représenté par une loi de comportement viscoélastique-viscoplastique avec endommagement ductile [5,6]. Par ailleurs, une loi de traction-séparation endommageable est utilisée ici pour décrire le comportement des interfaces fibre-matrice.

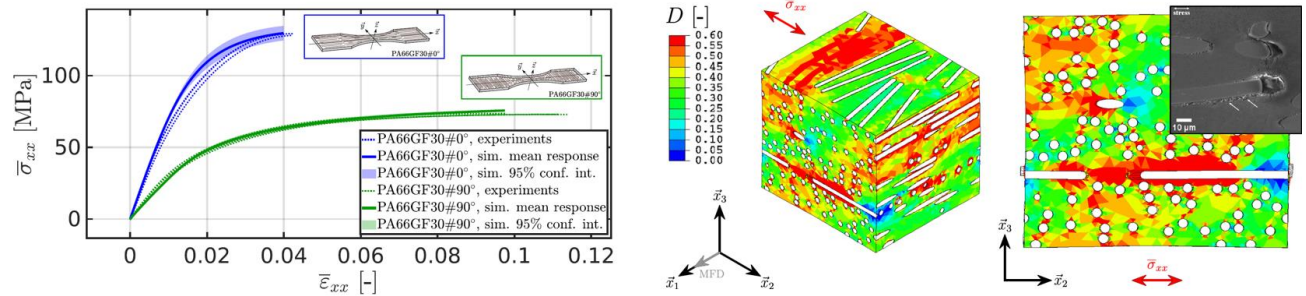


Fig. 2. Réponse macroscopique du composite (à gauche) lors de chargements monotones avec le MFD (Molding Flow Direction, le long duquel une grande partie des fibres sont orientées) orienté à 0° et 90° par rapport à l'axe de chargement  $x$ . Visualisation des champs locaux d'endommagement dans la matrice ainsi que des décohésions d'interfaces fibre-matrix (à droite), notamment en tête de fibres, conformément aux observations expérimentales [7].

Comme le montre la Fig. 2, le modèle multi-échelle ainsi mis en place permet une analyse micromécanique détaillée du composite en accord avec les données d'essais et les observations expérimentales [7]. Il devient alors possible d'examiner, à l'échelle microscopique, les processus de déformation de chaque constituant, mais aussi et surtout, les mécanismes de dégradation se produisant aux interfaces fibre-matrice et d'en analyser l'effet sur la réponse macroscopique du composite lors de divers cas chargements [8]. À cet égard, une attention particulière a été portée sur l'influence des paramètres du modèle de zone cohésive, mettant en lumière le rôle crucial des interfaces sur le comportement global du composite. Une évaluation de ces paramètres a par ailleurs été réalisée par confrontation avec des données d'essais.

## Remerciements

Les auteurs remercient le Centre HPC Arts et Métiers Cassiopée mis à disposition pour mener les recherches rapportées dans cette contribution.

## Références

- [1] F. Praud, K. Schneider, G. Chatzigeorgiou, F. Meraghni, « Génération de microstructures et analyses multi-échelles à champs complets pour les composites thermoplastiques renforcés de fibres courtes », 23<sup>ème</sup> Journées Nationales sur les Composites (JCN23), 2023.
- [2] F. Praud, K. Schneider, G. Chatzigeorgiou, F. Meraghni, « Microstructure generation and full-field multi-scale analyses for short fiber reinforced thermoplastics : Application to PA66GF composites », *Composite Structures* Vol. 341, 118175, 2024.
- [3] K. Schneider, B. Klusemann, S. Bargmann, « Automatic three-dimensional geometry and mesh generation of periodic representative volume elements for matrix-inclusion composites », *Advances in Engineering Software* Vol. 99, pp. 177-18, 2016.
- [4] K. Schneider, « Computational micromechanics of matrix-inclusion composites », Ph.D. thesis, Technischen Universität Hamburg, 2019.
- [5] F. Praud, G. Chatzigeorgiou, J. Bikard, F. Meraghni, « Phenomenological multi-mechanisms constitutive modelling for thermoplastic polymers, implicit implementation and experimental validation », *Mechanics of Materials* Vol. 114, pp. 9-29, 2017.
- [6] F. Praud, « Multi-scale modelling of thermoplastic-based woven composites, cyclic and time dependent behaviour », Ph.D. thesis, Arts et Métiers ParisTech, 2018.
- [7] M.F. Arif, F. Meraghni, Y. Chemisky, N. Despringre, G. Robert, « In situ damage mechanisms investigation of PA66/GF30 composite: Effect of relative humidity », *Composites Part B* Vol. 58, pp. 487-495, 2014.
- [8] F. Praud, K. Schneider, « Analyses multi-échelles à champs complets intégrant les mécanismes de décohésion des interfaces fibre-matrice dans les composites thermoplastiques renforcés de fibres courtes », 26<sup>ème</sup> Congrès Français de Mécanique (CFM2025), 2025.