

**Analyse des mécanismes élémentaires de
coupe des agrocomposites par approche tribo-
mécanique multiéchelle**

1 Introduction

Afin de relier le comportement spécifique des fibres végétales, démontré dans le **Chapitre 3**, aux mécanismes élémentaires de coupe lors de l'usinage d'un agrocomposite, des essais mécaniques de traction et de cisaillement ont été réalisés sur une structure agrocomposite en fibres de lin unidirectionnelles et matrice polypropylène couramment utilisée en industrie. L'objectif est d'évaluer le comportement mécanique lors des sollicitations qui peuvent s'apparenter à celles du contact de coupe outil/matière. Ensuite, le procédé 2D de coupe orthogonale a été réalisé sur le même matériau pour déterminer la nature de formation de copeau à différentes conditions de coupe. L'état des surfaces ainsi générées par ces opérations a été étudié par microscopie électronique à balayage et par mesure de la topographie des surfaces usinées.

La seconde partie de ce chapitre a été consacrée à une étude fine des comportements mécanique et tribologique des agrocomposites sur les échelles pertinentes du renfort fibreux. Ce travail est réalisé en sollicitant le matériau par nanoindentation et scratch test à différentes échelles afin de déterminer, suivant l'échelle de contact outil/matière, la réponse tribo-mécanique du matériau et ainsi l'origine des mécanismes de coupe des agrocomposites.

2 Caractérisation mécanique des agrocomposites à fibres unidirectionnelles de lin

Afin de caractériser mécaniquement le matériau avant les opérations de coupe orthogonale, des essais de traction et de cisaillement ont été réalisés sur des éprouvettes du même matériau afin de caractériser l'interdépendance qui peut exister entre les performances mécaniques du matériau et son comportement lors de la coupe. Le protocole expérimental pour ces essais a été décrit dans le **Chapitre 2**. Les essais de traction et de cisaillement Iosipescu sont réalisés avec différentes vitesses de déformation.

La **Figure 4.1** représente les comportements typiques en traction pure et en cisaillement des éprouvettes agrocomposites à fibres de lin unidirectionnelles pour trois différentes vitesses de déformation. Le comportement en traction révèle 2 parties linéaires (**Figure 4.1(a)**). La première partie correspond à la contribution du renforcement fibreux ainsi que la liaison matricielle de la résine polypropylène. En atteignant une valeur de contrainte de 30 MPa (i.e. la contrainte max de la matrice PP), le comportement reste linéaire mais la pente de rigidité est réduite sur la seconde partie linéaire. Ceci est dû à la rupture de la liaison matricielle en atteignant sa contrainte maximale. Le comportement devient non linéaire vers une valeur de contrainte de 100 MPa. On obtient un comportement non linéaire plastique jusqu'à la rupture montrée en **Figure 4.2(a)**. Ainsi, les agrocomposites thermoplastiques à fibres de lin unidirectionnelles ont un comportement linéaire en traction avec une rupture ductile achevée sur une zone plastique. L'effet de la vitesse de déplacement est apparent uniquement sur la zone plastique en augmentant l'allongement à rupture.

Les courbes de cisaillement Iosipescu des agrocomposites thermoplastiques en lin unidirectionnelles présentent un comportement élastoplastique (**Figure 4.1(b)**). L'augmentation de la vitesse de déplacement augmente le module de cisaillement mais n'influence pas le comportement ductile du matériau. Il est important de mentionner qu'on n'arrivait pas à atteindre la rupture en cisaillement avec le dispositif Iosipescu. En effet, au cours du chargement, les fibres de lin suivent le mouvement de cisaillement et se déforment transversalement à cause de leur forte flexibilité transversale comme déjà expliqué dans le **Chapitre 3**. Cette déformation transversale des fibres causera des zones de délaminage entre les fibres et la matrice qu'on peut observer sur la zone de cisaillement (**Figure 4.2(b)**). Les fibres continuent à se déformer transversalement jusqu'à être sollicitées partiellement en traction. La rupture n'a pas eu lieu parce

que les limites du dispositif Iosipescu sont atteintes. Cependant, la rupture a eu lieu avec le même dispositif dans le cas des composites à fibres de verre et de carbone [65,87].

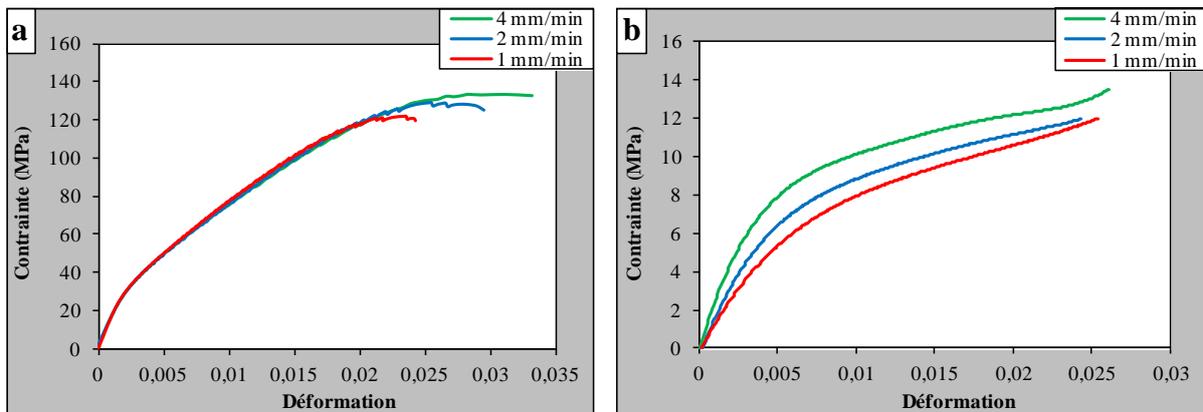


Figure 4.1 : Courbes de comportement typiques des agrocomposites à fibres unidirectionnelles de lin sous différentes vitesses de déformation. a) Essais de traction pure. b) Essais de cisaillement Iosipescu.

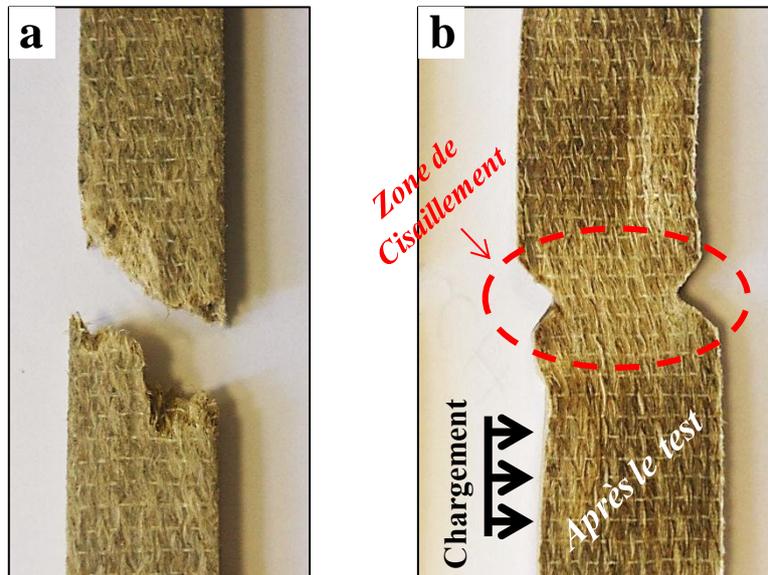


Figure 4.2 : a) Eprouvette de traction après rupture. b) Eprouvette Iosipescu après le test de cisaillement.

3 Etude de l'usinabilité des agrocomposites à fibres unidirectionnelles de lin par procédé fondamental de coupe orthogonale.

Les essais de coupe orthogonale ont été conduits sur l'étau-limeur avec les plaquettes de coupe présentées dans le [Chapitre 2](#). La [Figure 4.3](#) montre le montage expérimental des essais. Un dynamomètre Kistler a été installé entre le système de bridage et la table de la machine afin de mesurer les efforts de coupe. Une caméra rapide (FASTCAM SA5 CCD) a été utilisée afin d'observer la formation du copeau avec une vitesse d'acquisitions de 20000 images par seconde. Le [Tableau 4-1](#) récapitule les conditions des essais.

Tableau 4-1 : Paramètres process utilisés pour les essais de coupe orthogonale

Outils de coupe	Vitesse de coupe (m/min)	Profondeur de passe (μm)
A4F3	12	
A4BQ	20	100
A4BS	32	300
	50	500
	80	

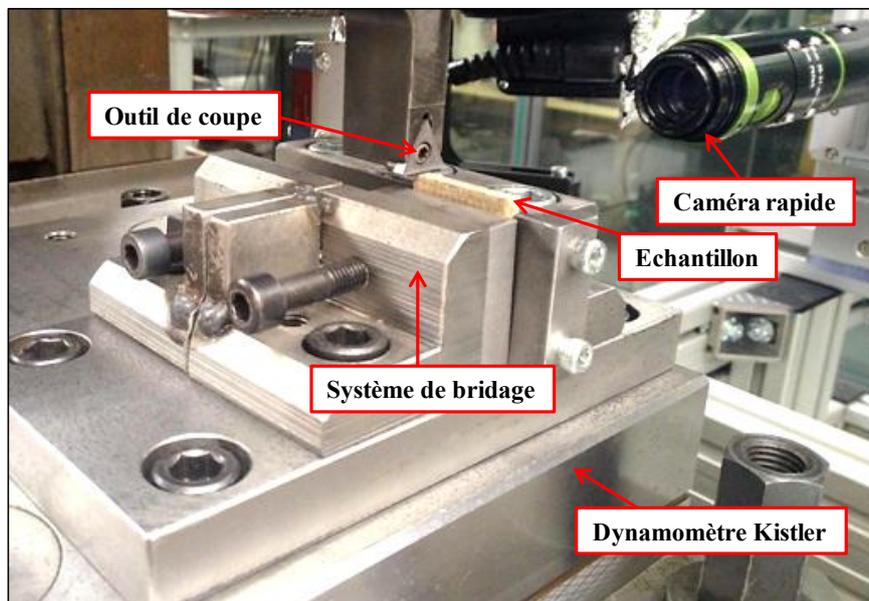


Figure 4.3 : Montage expérimental des essais de la coupe orthogonale

3.1 Mécanismes de formation de copeau des agrocomposites à fibres UD de lin.

Les images obtenues par la caméra rapide (**Figure 4.4**) montrent que, indépendamment de la vitesse de coupe et de la profondeur de passe, les agrocomposites à fibres UD de lin et matrice thermoplastique génèrent un copeau long et continu lors de l'opération de coupe. Ce constat est très important parce que les mécanismes de formation de copeau pour un agrocomposite sont alors différents de ceux des composites synthétiques de verre ou de carbone couramment utilisés en industrie. En effet, les composites synthétiques à fibres longues UD utilisés en industrie sont généralement à matrice thermodurcissable. L'enlèvement de matière dans le cas des composites synthétiques à matrice thermodurcissable est sous forme de fragments quand les fibres sont orientées perpendiculairement à la direction de coupe [88–90]. La surface de travail est, en effet, détruite lors de l'opération de coupe et des fissures sont formées au niveau des interfaces [91]. Cette différence de comportement, par rapport aux agrocomposites étudiés, est liée à la fois au type de renfort fibreux et à la nature de la matrice liante. D'une part, une matrice thermoplastique est plus ductile qu'une matrice thermodurcissable. D'autre part, une fibre végétale est plus flexible transversalement qu'une fibre synthétique de verre ou de carbone. Il existe alors des effets mutuels des deux constituants du composite qui rendent la coupe des agrocomposites plus ductile peu importe la configuration de coupe. Puisque ces effets sont indéniablement reliés au comportement mécanique de chaque constituant durant les sollicitations de coupe, on propose alors d'analyser la relation fonctionnelle entre la formation du copeau et le comportement mécanique de la structure du composite à l'échelle globale du matériau afin de prendre en compte l'interaction entre les effets mécaniques des constituants du composite.

Des précédents essais mécaniques de cisaillement Iosipescu sur des composites synthétiques à matrice thermodurcissable montrent un comportement linéaire fragile avec une initiation de fissure qui apparaît systématiquement et brutalement dans la zone de raccordement entre le rayon en fond d'entaille et une face de l'entaille [65,87]. Ceci peut expliquer les fissures brutales formées durant l'opération de coupe avec le copeau fragmenté dans le cas des composites synthétiques à matrice thermodurcissable.

Dans le cas des agrocomposites à fibres UD de lin et matrice thermoplastique, le comportement mécanique est complètement différent comme démontré dans la **Section 2**. Les agrocomposites à fibres UD de lin présentent, en effet, un comportement ductile en traction pure et en cisaillement. Lors des essais de cisaillement Iosipescu, dont les sollicitations mécaniques se rapprochent de celles de la coupe, le comportement ductile est accompagné par une déformation

transversale des fibres de lin qui suivent la déformation de la matrice thermoplastique. Malgré le délaminage observé dans la zone de cisaillement (**Figure 4.2(b)**), il n'y a aucune rupture ou fissure brutale des éprouvettes. La structure du matériau garde toujours un bon maintien entre les fibres et la matrice et ceci évite une décohésion fragile entre les fibres et la matrice. Par conséquent, durant la coupe des agrocomposites à fibres UD de lin et matrice thermoplastique, la cohésion entre les fibres et la matrice peut résister aux sollicitations de l'opération de coupe et le copeau généré sera alors continu.

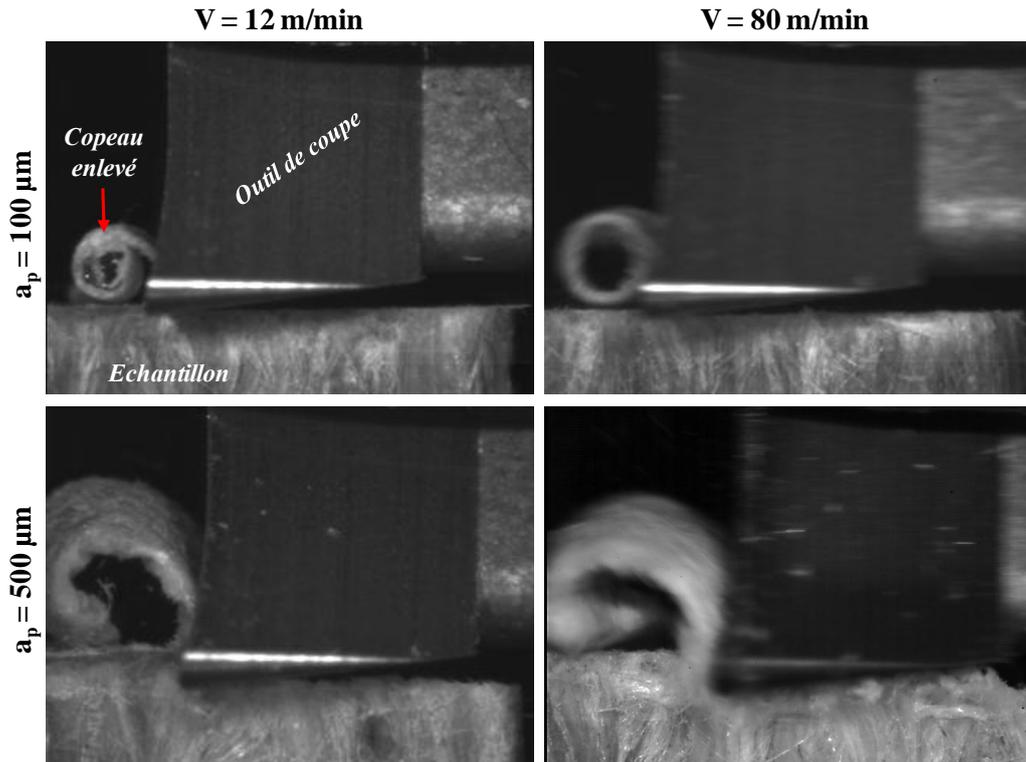


Figure 4.4 : Images par caméra rapide de la formation du copeau pour différentes vitesses de coupe et profondeurs de passe

3.2 Qualité microscopique des surfaces usinées

Figure 4.5 présente l'état typique des états de surfaces usinée obtenu par MEB pour une même vitesse de coupe de 80 m/min. Globalement, et comme pour le procédé de détournage investigué dans le **Chapitre 3**, les fibres de lin ne sont pas parfaitement bien coupées parce qu'il existe toujours des extrémités des fibres non coupées qui restent penchées sur la surface usinée. Ces extrémités augmentent en augmentant le rayon d'acuité de l'arête de coupe. L'augmentation de la profondeur de passe augmente non seulement les extrémités des fibres non coupées, mais aussi les zones de décohésion entre les fibres élémentaires de lin et la matrice polypropylène (PP).

Les extrémités non coupées des fibres végétales constituent un phénomène spécifique qui surgit lors de l'usinage d'un agrocomposite. Ceci est due à la flexibilité transversale de ces fibres et leur déformation lors du contact avec l'outil de coupe comme déjà expliqué dans le **Chapitre 3**, plus particulièrement quand le rayon d'acuité est élevé. Cette flexibilité transversale, associée à une augmentation de la profondeur de passe, favorisera la flexion des fibres lors du contact de coupe et ceci causera une décohésion entre les fibres et la matrice tout en affaiblissant la rigidité de contact outil/matière.

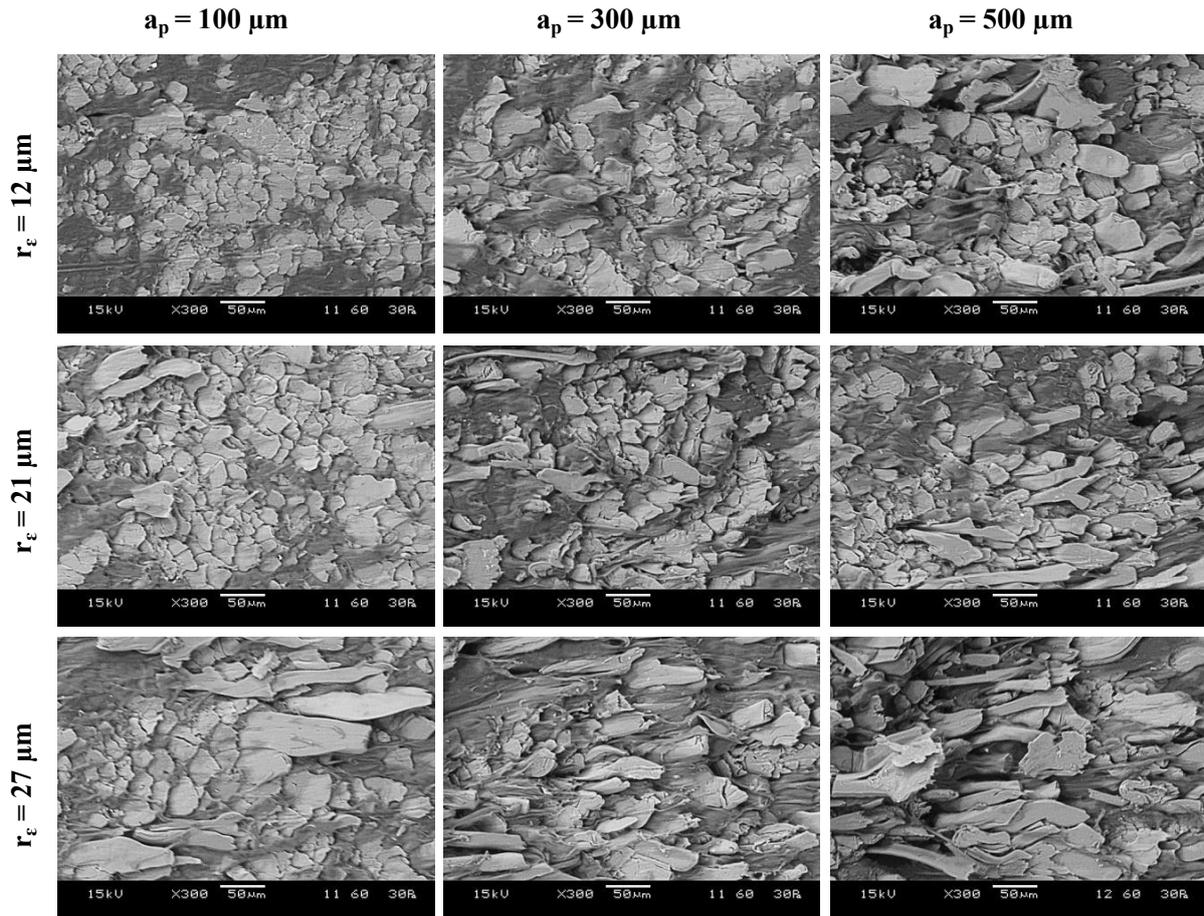


Figure 4.5 : Images MEB de l'état microscopique des surfaces usinées pour les différents rayons d'acuité et les différentes vitesses de déformation

3.3 Analyse énergétique des mécanismes de coupe

Le copeau obtenu dans le cas de la coupe orthogonale des agrocomposites étant continu, les lois de Merchant décrites dans le **Chapitre 2** peuvent être utilisées comme pour le cas des matériaux métalliques afin de calculer les différentes énergies propres à l'interaction outil matière lors de la coupe.

La première étape de l'étude énergétique est de calculer l'énergie spécifique totale de coupe U_t pour les différentes configurations de coupe comme le montre la **Figure 4.6**. Globalement, la profondeur de passe de 100 μm génère la plus forte énergie spécifique. L'effet de la vitesse de coupe est insignifiant à l'exception de la configuration à forte acuité d'arête ($r_e=12\mu\text{m}$) et faible profondeur de passe (100 μm) où l'énergie spécifique augmente significativement à vitesse de coupe élevée. On remarque aussi une légère diminution de l'énergie en augmentant la profondeur de passe de 300 μm à 500 μm .

L'énergie spécifique de coupe est un indicateur de l'efficacité du cisaillement de la matière lors de la coupe. Cependant, le fait que l'énergie que l'énergie spécifique soit élevée pour une profondeur de passe de 100 μm ne signifie pas que le cisaillement à cette configuration est le plus difficile. Cette forte augmentation de l'énergie est causée par une composante supplémentaire due aux vibrations induites à la fois par le dispositif d'étau-limeur et par l'engagement brutal de l'arête de coupe dans la matière comme démontré dans le **Chapitre 3**. L'augmentation de la profondeur de passe réduit ces vibrations par un meilleur maintien entre l'arête de coupe et l'échantillon.

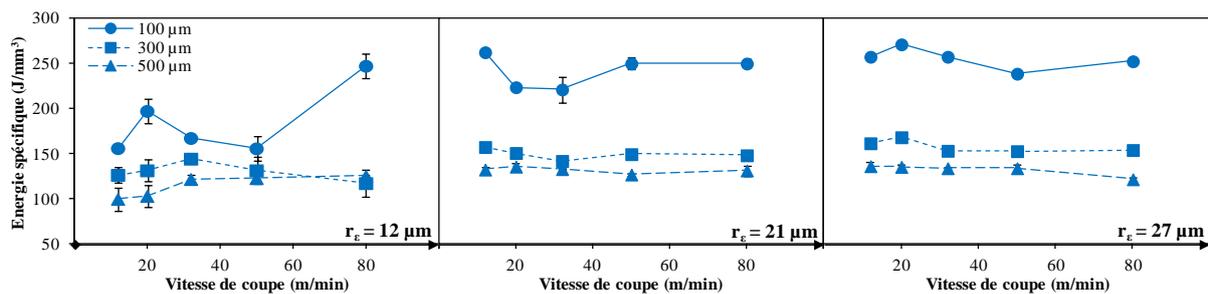


Figure 4.6 : Energie spécifique totale de coupe à chaque profondeur de passe pour les différentes configurations

Pour une meilleure compréhension des mécanismes, il est nécessaire de décomposer l'énergie afin de filtrer les vibrations et déterminer les deux composantes principales pour définir l'efficacité de processus de coupe, il s'agit de l'énergie de cisaillement " U_s " et l'énergie dissipé par frottement " U_f " comme décrit et expliqué dans la **Chapitre 2**.

La **Figure 4.7** montre que les valeurs des énergies de cisaillement et de frottement sont largement inférieures à celles de l'énergie totale. Ceci met en évidence la forte contribution des vibrations du système. Le comportement de l'énergie dissipée par frottement est quasiment le même que celui de l'énergie totale. Pour l'énergie de cisaillement, l'effet de la profondeur de passe n'est pas significatif pour une forte acuité d'arête ($r_e=12 \mu\text{m}$). L'énergie de cisaillement de la faible profondeur de passe ($a_p=100 \mu\text{m}$) est discriminée par l'augmentation du rayon d'acuité et devient plus faible que les deux autres valeurs de la profondeur de passe. Il n'y a, en revanche, pas de

différence significative entre l'effet la profondeur de passe de 300 μm et celle de 500 μm . On remarque aussi l'effet insignifiant de la vitesse de coupe.

La diminution de l'énergie dissipée par frottement en augmentant la profondeur de passe est due aux extrémités des fibres non coupées qui restent penchées sur la surface. Ces extrémités deviennent plus importantes à des grandes profondeurs de passe et vont jouer le rôle d'un troisième corps lubrifiant comme expliqué dans le **Chapitre 3**.

En ce qui concerne le mécanisme de cisaillement, Le rayon d'acuité de 12 μm et inférieur (ou égale) au diamètre d'une fibre élémentaire (entre 10 et 20 μm). Dans cette configuration, le cisaillement des fibres ne dépend pas de la quantité de matière enlevée (i.e. profondeur de passe). Une fois que la valeur du rayon d'acuité dépasse celle des diamètres des fibres élémentaires, la profondeur de passe commence à avoir effet, plus particulièrement pour $a_p=100 \mu\text{m}$ car cette valeur de profondeur de passe est équivalente au diamètre de la fibre technique (i.e. faisceau de fibres élémentaires). En effet, quand la profondeur de passe dépasse la valeur du diamètre de la fibre élémentaire, on retrouvera le phénomène de flexion de cette dernière durant le contact avec l'outil et le cisaillement devient ainsi plus difficile.

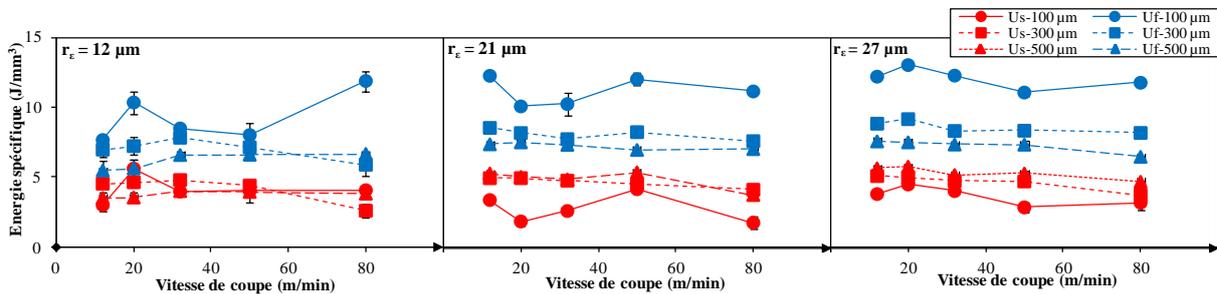


Figure 4.7 : Energie dissipée par frottement (U_f) et énergie spécifique de cisaillement (U_s) pour les différentes configurations de coupe.

3.4 Analyse de la topographie des surfaces usinées

3.4.1 Approche standard

La **Figure 4.8** montre que, globalement, l'augmentation de la profondeur de passe augmente la rugosité de surface. Pour les fortes acuités d'arête ($r_e=12 \mu\text{m}$), il n'y a pas d'effet significatif de la profondeur de passe pour les faibles vitesses de coupe. La rugosité de surface décroît significativement pour une faible profondeur de passe ($a_p=100 \mu\text{m}$) à fortes vitesses de coupe. L'impact de la profondeur de passe devient discriminant en augmentant le rayon d'acuité. Par contre, l'effet de la vitesse de coupe est négligeable. Ces résultats correspondent pratiquement au

comportement énergétique de cisaillement présenté dans la **Figure 4.7**. En effet, quand l'énergie de cisaillement est faible, les fibres de lin au sein de l'agrocomposite sont plus facilement coupées et ceci va réduire les extrémités non coupées des fibres sur la surface usinée. La rugosité de surface sera alors réduite.

En revanche, sur quelques configurations (i.e. coupe avec un rayon d'acuité $r_e=27 \mu\text{m}$), la discrimination de l'effet de la profondeur de passe entre $100 \mu\text{m}$ et $300 \mu\text{m}$ n'est pas achevée. Ceci peut être dû à l'échelle globale de l'analyse standard (16.8 mm) qui prend en compte la distribution aléatoire des fibres techniques de lin. Ces derniers n'ont pas les mêmes tailles ni un emplacement régulier au sein de l'agrocomposite. Par conséquent, il est difficile d'obtenir une évaluation efficace et rigoureuse de la rugosité de surface usinée des agrocomposites sur une échelle standard macroscopique. Pour ces raisons, l'approche multiéchelle utilisée dans le **Chapitre 3** sera appliquée dans la section suivante pour évaluer l'état multiéchelle de la rugosité des surfaces usinées par procédé de coupe orthogonale.

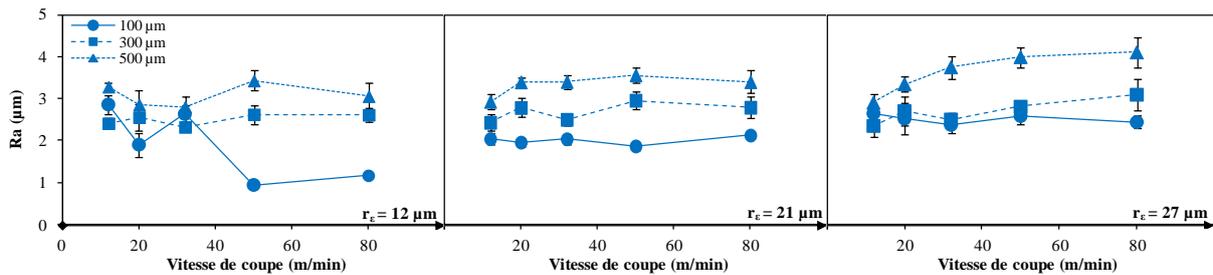


Figure 4.8 : Rugosité standard des surfaces usinées à chaque profondeur de passe pour différentes configurations de coupe

3.4.2 Approche multiéchelle

La **Figure 4.9** présente l'évolution des spectres multiéchelle à une vitesse $V=20\text{m/min}$ pour les différentes valeurs des rayons d'acuité. Globalement, la rugosité augmente avec l'augmentation de l'échelle d'analyse. Contrairement à l'approche standard de la **Figure 4.8** qui ne montre pas d'influence de la profondeur de passe à faible vitesse de coupe pour une forte acuité d'arête ($r_e=12 \mu\text{m}$), l'approche multiéchelle est capable de discriminer l'effet de la profondeur de passe sur les échelles mesoscopiques (entre $50 \mu\text{m}$ et 1 mm). Les échelles pertinentes, et comme pour le procédé de détourage, sont alors les échelles qui correspondent à la structure du renfort fibreux au sein de l'agrocomposite (de la fibre technique jusqu'au fil de fibres de lin). Sur ces échelles, il est bien évident que l'augmentation de la profondeur de passe augmente la rugosité des surfaces usinées. En revanche, on remarque que l'augmentation du rayon d'acuité réduit l'intervalle des

échelles pertinentes vers les échelles macroscopiques à cause de l'augmentation de l'air de contact outil/matière.

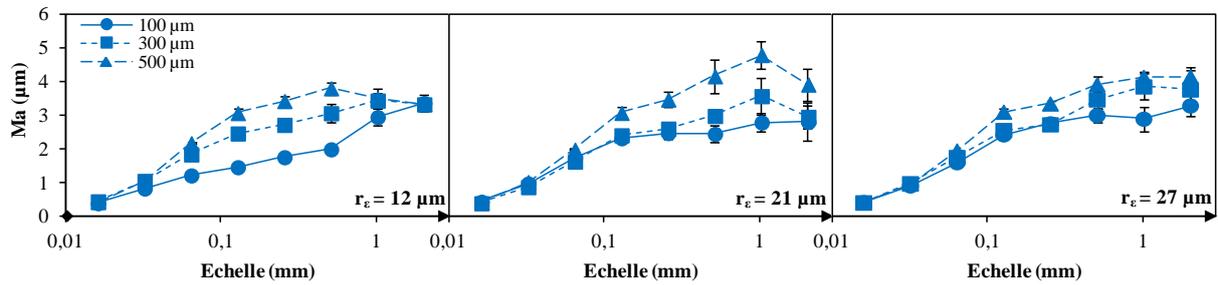


Figure 4.9 : Spectres multiéchelle de rugosité des surfaces usinées à chaque profondeur de passe pour les différentes valeurs du rayon d'acuité

La [Figure 4.10](#) montre l'effet de la vitesse de coupe sur les spectres multiéchelle de la rugosité des surfaces usinées pour un rayon d'acuité de 27 μm . Il est bien évident que l'augmentation de la vitesse élargie l'intervalle des échelles pertinentes pour la discrimination de l'effet de la profondeur de passe. Sur ces échelles pertinentes, les spectres multiéchelles montrent que l'effet de la vitesse de coupe sur la rugosité de surface est plus visible en faibles profondeurs de passe. L'augmentation de la vitesse de coupe diminue la rugosité de surface à l'exception de la profondeur de passe de 500 μm où l'effet de la vitesse n'est pas significatif.

L'effet de la vitesse de coupe sur la rugosité de surface se justifie par l'effet de la vitesse de déformation sur le comportement en cisaillement des agrocomposites à fibres unidirectionnelles de lin expliqué dans la [Section 2](#). En effet, l'augmentation de la vitesse de déformation augmente le module de cisaillement et, par conséquent, la rigidité du cisaillement. Ceci permet, dans une configuration de coupe, d'augmenter la rigidité de contact qui offre, comme expliqué précédemment, un cisaillement efficace des fibres de lin au sein du composite.

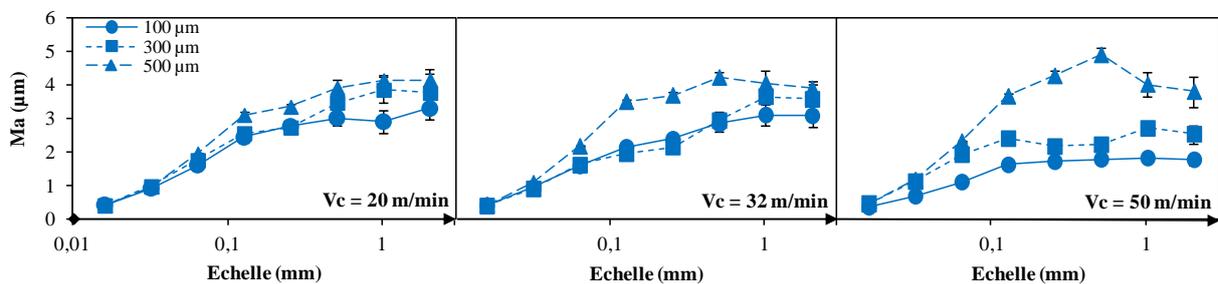


Figure 4.10 : Spectres multiéchelle de rugosité des surfaces usinées à chaque profondeur de passe pour différentes valeurs de vitesse de coupe

3.5 Contribution multiéchelle des paramètres process sur l'état des surfaces usinées des agrocomposites

Afin de quantifier la contribution des paramètres process étudiés sur l'amplitude moyenne des irrégularités de surface, une analyse statistique de variance ANOVA [62,92] sur l'influence des paramètres d'entrée a été réalisée sur la rugosité moyenne à chaque échelle de décomposition de l'approche multiéchelle. Cette analyse statistique a été effectuée par le logiciel de statistique (XLSTAT). Le pourcentage de contribution de chaque facteur " α ", nommé " C_α " est calculé avec le test du critère de Fisher " $F(\alpha)$ " à la confiance du coefficient de corrélation R^2 [62,93] à l'aide de l'équation 4.1.

$$C_\alpha = \frac{F(\alpha)}{\sum_\alpha F(\alpha)} \times R^2 \quad (4.1)$$

La Figure 4.11 présente le pourcentage de contribution de chaque paramètre process sur l'amplitude moyenne de la rugosité à chaque échelle d'analyse obtenue par la décomposition multiéchelle. On peut remarquer la faible contribution de l'acuité d'arête vis-à-vis des autres paramètres jusqu'aux échelles macroscopiques. Le comportement de la contribution multiéchelle des paramètres process sur l'état des surfaces peut être divisé en quatre zones suivant l'échelle de décomposition " i " :

- $i=16\mu\text{m}$: Cette échelle correspond à la taille des fibres élémentaires (diamètre de $10\ \mu\text{m}$ à $20\ \mu\text{m}$). La contribution de la vitesse de coupe est plus importante que celle de la profondeur de passe. En effet, la variation de la profondeur de passe ($100\ \mu\text{m}$, $300\ \mu\text{m}$ et $500\ \mu\text{m}$) est beaucoup plus supérieure à cette échelle d'analyse et, par conséquent, n'a pas significativement d'effet sur la contribution à l'amplitude de la rugosité de surface.
- $i=[32\mu\text{m} - 128\mu\text{m}]$: Cette gamme d'échelles correspond à la taille des fibres techniques qui regroupent quelques fibres élémentaires. Plus l'échelle augmente, plus l'analyse prendra en compte le faisceau complet des fibres élémentaires. La contribution de la profondeur de passe prend beaucoup plus d'effet sur ces échelles car elle contrôle le comportement mécanique de la fibre technique lors du contact outil/matière.
- $i=[128\mu\text{m} - 1\text{mm}]$: Quand l'échelle d'analyse dépasse la taille de la fibre technique, la contribution de la profondeur de passe diminue tandis que celle des interactions commence à augmenter. Ce constat est dû au fait que l'échelle d'analyse commence à prendre en compte la distribution aléatoire des fibres techniques au sein de l'agrocomposité.

- $i=[1\text{mm} - 2\text{mm}]$: Sur les échelles macroscopiques, la distribution aléatoire des fibres dans l'agrocomposite affecte la contribution des paramètres process et augmente ainsi la contribution des interactions. Les interactions présentent alors la plus forte contribution à l'état des surfaces usinées.

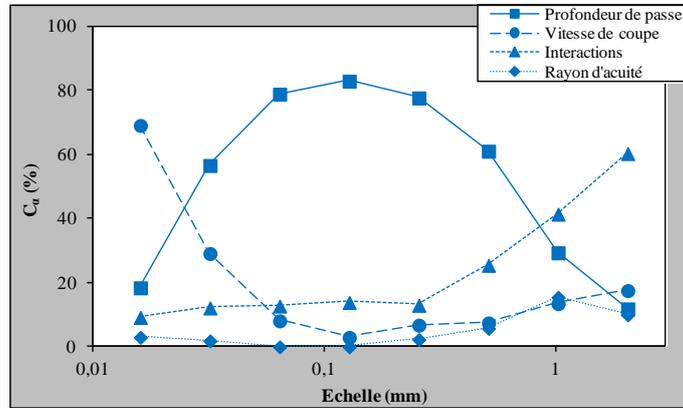


Figure 4.11 : Pourcentage de contribution multiéchelle de chaque paramètre process sur l'amplitude de la rugosité des surfaces usinées

4 Etude des propriétés mécaniques multiéchelle des agrocomposites

Afin de caractériser le comportement mécanique multiéchelle des agrocomposites, La technique de nanoindentation a été adoptée dans cette partie. Cette technique est bien adaptée pour la caractérisation des matériaux hétérogènes car elle permet de séparer les phases constituant le matériau grâce aux dimensions nanométriques des pointes d'indentation. Ainsi, on peut solliciter par nanoindentation chaque phase toute seule et caractériser son comportement mécanique au sein du matériau.

Deux dispositifs ont été utilisés pour la nanoindentation afin de varier l'échelle d'indentation (i.e. le contact pointe/matière). Le microscope à force atomique (AFM) a été utilisé avec une pointe diamant de rayon de courbure d'environ 40 nm. La pointe est collée sur un levier en acier de raideur d'environ 450 N/m. Le nanoindenteur MTS a été utilisé avec une pointe diamant de rayon de courbure dix fois plus supérieur à celle de l'AFM (environ 400 nm). La pointe du nanoindenteur MTS n'est pas collée sur un bras de levier mais sur une colonne mobile qui se déplace verticalement. Les deux dispositifs ont déjà été décrits dans le [Chapitre 2](#).

Les deux pointes utilisées sont de type Berkovich. Le modèle d'Oliver & Pharr [94] peut alors être utilisé pour calculer le module d'élasticité car il est adapté à cette forme de pointe et a été validé dans plusieurs travaux dans la littérature [95–98]. En effet, le principe repose sur la mesure de l'effort d'indentation (F) en fonction de la profondeur de pénétration de la pointe. Dans le cas de la nanoindentation, la profondeur de pénétration (h) est le déplacement de la pointe dans l'échantillon à partir de sa surface comme le montre la [Figure 4.12](#). De cette courbe, on détermine l'effort maximum d'indentation (F_{\max}), la profondeur maximum de pénétration (h_{\max}) et la rigidité de contact (S) qui n'est que la pente de la courbe de décharge au point maximum de chargement.

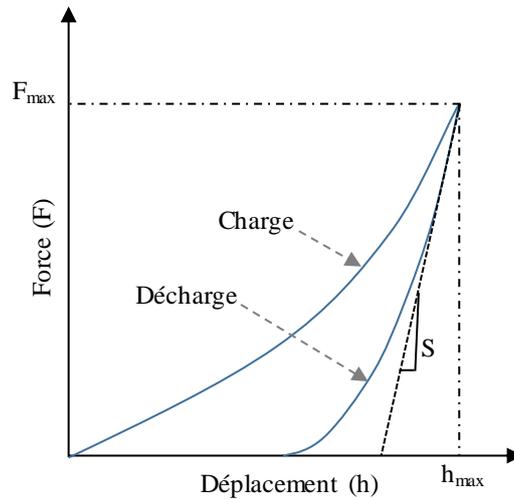


Figure 4.12 : Courbe de comportement typique en indentation

Il est important de noter qu'une étape de calibration de la pointe précède les mesures sur les échantillons à étudier. Pour l'instrumentation sur AFM, l'étape de calibration consiste à réaliser des mesures d'indentation sur un matériau très dur (Carbure de tungstène dans notre cas) avec des faibles efforts de chargement afin de relever le déplacement propre au levier sans que la pointe pénètre dans la matière. Ce déplacement propre au levier est par la suite déduit du déplacement global mesuré après indentation sur l'échantillon à étudier afin de déterminer la profondeur réelle de pénétration dans l'échantillon (h_{\max}).

En ce qui concerne l'instrumentation sur le nanoindenteur MTS, la colonne supportant la pointe se déforme avec la machine lors de l'indentation. On parle alors de complaisance machine. Cette complaisance est étalonnée une fois pour toute en sortie d'usine. Les données de sortie affichées par l'instrument sont déjà corrigées de cette complaisance.

La méthode d'Oliver & Pharr consiste à calculer la profondeur de contact (h_c) qui est liée à la déformation du matériau et la forme de la pointe comme montré dans la **Figure 4.13**. h_c peut être calculée à l'aide de **l'équation 4.2**. " ϵ " est une constante qui dépend de la géométrie de la pointe. Pour une pointe de type Berkovich, ϵ est égale à 0.72.

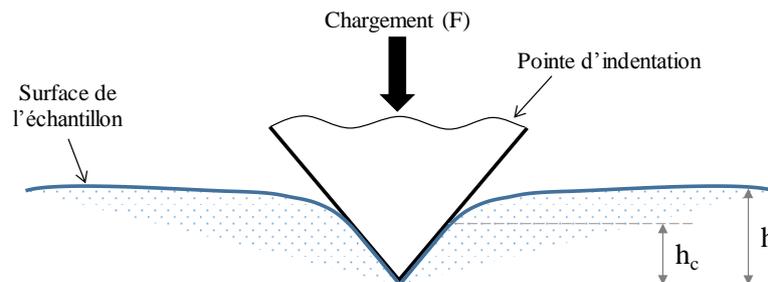


Figure 4.13 : Schématisation de la profondeur de contact (h) par rapport à la profondeur de pénétration (h_c)

L'air projeté de contact (A) est calculé via **l'équation 4.3**. Le module d'élasticité réduit de l'échantillon (E_r) peut être alors calculé par **l'équation 4.4**. " β " est une constante dépendante de la géométrie de la pointe (1.034 pour une pointe type Berkovich). Le module d'élasticité de l'échantillon (E) est finalement calculé à l'aide de **l'équation 4.5** où E_i et ν_i sont respectivement le module d'élasticité et le coefficient de poisson de la pointe ($E_i = 1140$ GPa et $\nu_i = 0.07$ pour une pointe en diamant). ν est le coefficient de poisson de l'échantillon.

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon \frac{F_{\max}}{S} \quad (4.2)$$

$$A = 24.56 \times h_c^2 \quad (4.3)$$

$$E_r = \frac{S\sqrt{\pi}}{2\beta\sqrt{A}} \quad (4.4)$$

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu^2)}{E} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} \quad (4.5)$$

Les essais de nanoindentation ont été réalisés sur des échantillons d'agrocomposites en fibres de lin unidirectionnelles et matrice polypropylène utilisés en coupe orthogonale dans la **Section 3**. Afin de comparer avec les fibres synthétiques de verre, des échantillons de composites en fibres unidirectionnelles de verre et matrice époxy ont été aussi indentés. On s'intéresse dans cette étude à trois matériaux : les fibres de lin, la matrice PP qui les lie et les fibres de verre prises comme référence. La matrice époxy qui lie les fibres de verre ne sera pas prise en compte dans la caractérisation.

4.1 Propriétés mécaniques par AFM

Le microscope à force atomique (AFM) a été utilisé en mode "Tapping" pour réaliser les essais de nanoindentation. Un scan de la zone à indenter a été effectué afin de pouvoir bien cibler le positionnement de la pointe à chaque indentation. La **Figure 4.14** montre la surface des deux échantillons à l'échelle micrométrique avant les opérations d'indentation. Ces images AFM montrent bien la différence entre les fibres de lin et les fibres de verre en termes de forme géométrique et aussi de répartition dans le matériau puisque les fibres de lin sont polygonales et groupées en faisceau tandis que les fibres de verre sont cylindriques et bien séparées.

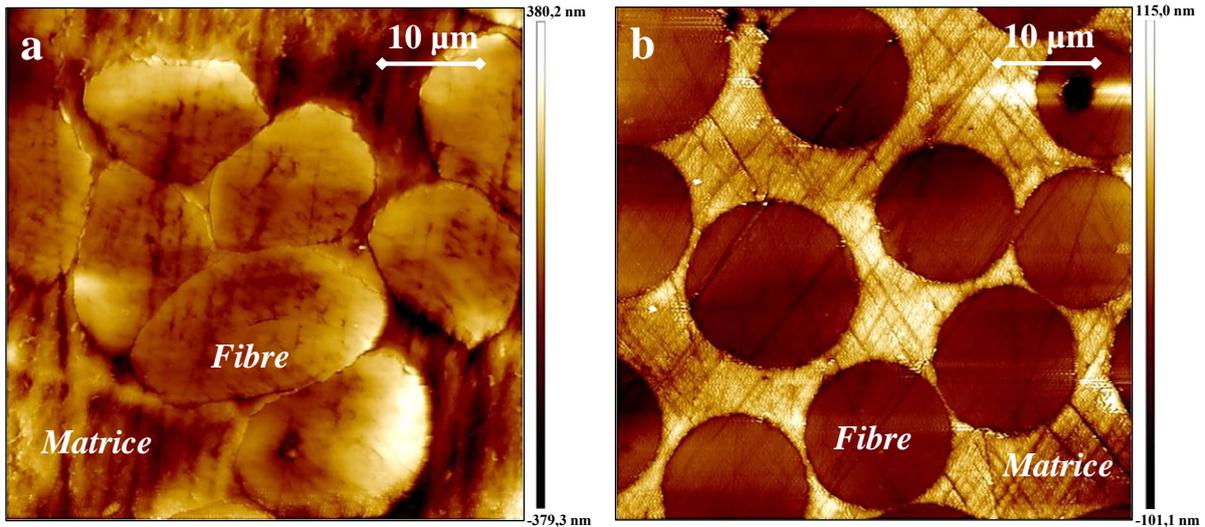


Figure 4.14 : Scan topographique par AFM des surfaces composites avant indentation. a) Lin/PP, b) Verre/Epoxy

Afin d'avoir des mesures comparables pour tous les matériaux étudiés, toutes les indentations ont été réalisées à un effort maximum de chargement identique $F_{\max} = 500 \mu\text{N}$. La **Figure 4.15** montre les surfaces des échantillons après indentation. On voit clairement la trace d'indentation de type Berkovich sur les fibres de lin et la matrice PP. Cependant, elle est moins claire sur les fibres de verre. Ceci indique que, à iso effort de chargement, on n'atteint pas les mêmes profondeurs de contact pour les deux types de fibres. Le comportement de la fibre de lin sur ces échelles de contact se rapproche plus de celui de la matrice PP.

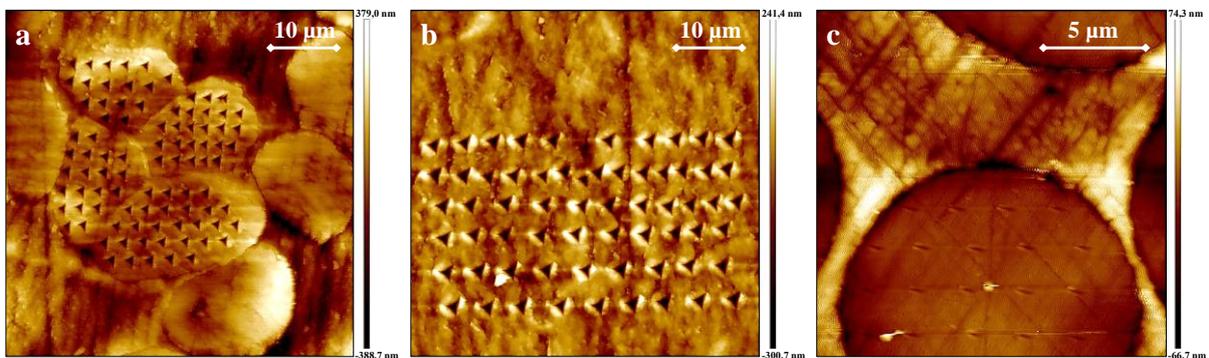


Figure 4.15 : Scan topographique par AFM des surfaces composites après indentation. a) fibres de lin, b) matrice PP et c) fibre de verre

Ce constat est confirmé par une comparaison des courbes d'indentation en décharge des trois matériaux (**Figure 4.16**). La rigidité des fibres de verre est, en effet, plus supérieure à celle des fibres de lin et de la matrice PP. Les fibres de lin semblent, en revanche, se comporter de la même manière que la matrice PP avec un déplacement légèrement supérieur pour les fibres de lin.

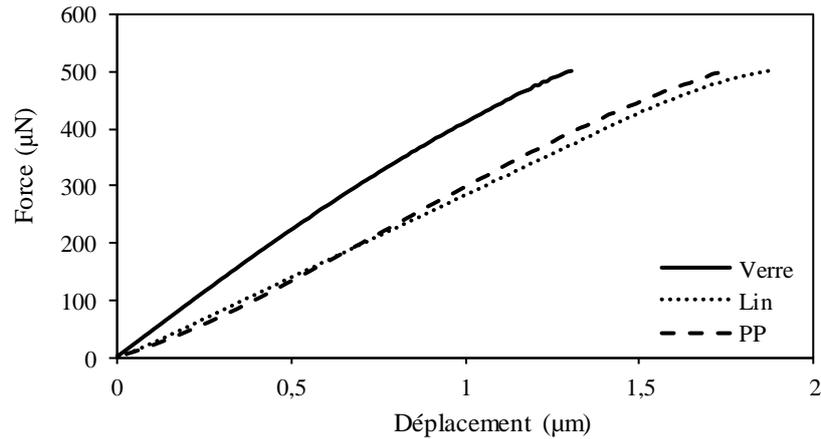


Figure 4.16 : Courbes typiques de décharge obtenues par nanoindentation AFM pour les trois matériaux

La **Figure 4.17** présente le module d'élasticité obtenu pour les trois matériaux en fonction de profondeur de contact (h_c). On remarque globalement que le module diminue en fonction de la profondeur de contact. Pour les fibres de verre (**Figure 4.17(a)**), on obtient un module d'élasticité entre 90 et 95 GPa pour des très faibles valeurs de profondeur de contact avec la pointe (entre 17,5 et 19,5 nm) comme on a pu effectivement constater sur les traces d'indentation de la **Figure 4.15**. Le module d'élasticité de la matrice PP (**Figure 4.17(b)**) est compris entre 1 et 2 GPa pour des profondeurs de contact plus importantes que celles des fibres de verre (entre 70 et 150 nm). Les fibres de lin (**Figure 4.17(c)**) présentent le module le plus faible (entre 0,65 et 1 GPa) pour des profondeurs de contact supérieures à celles de la matrice PP (entre 170 et 210 nm).

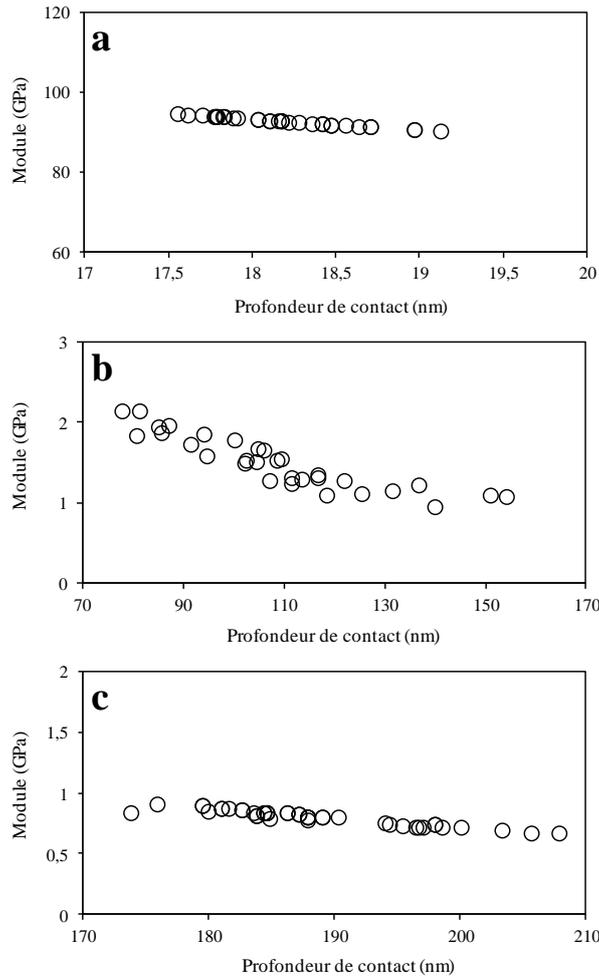


Figure 4.17 : Module d'élasticité obtenu par nanoindentation AFM. a) fibres de verre, b) matrice PP et c) fibres de lin

4.2 Propriétés mécaniques par nanoindenteur MTS

L'objectif de réaliser les tests de nanoindentation avec le nanoindenteur MTS est d'élever l'échelle de contact puisque les pointes du nanoindenteur sont de dimensions plus importantes que celles de l'AFM. La [Figure 4.15\(a\)](#) montre que la taille de la trace d'indentation est d'environ $1 \mu\text{m}$ sur les fibres de lin. La [Figure 4.18](#) présente la trace d'indentation sur le même échantillon lin/PP avec le nanoindenteur MTS. On constate bien que la taille de la trace d'indentation est beaucoup plus importante (environ $20 \mu\text{m}$) et elle sollicite alors toute une fibre élémentaire ou plus puisque le diamètre moyen des fibres de lin est compris entre 10 et $20 \mu\text{m}$. Ainsi, le nanoindenteur MTS sollicite les fibres sur l'échelle mesoscopique de la fibre technique (faisceau des fibres) tandis que l'AFM sollicite les fibres sur l'échelle microscopique d'une fibre élémentaire.

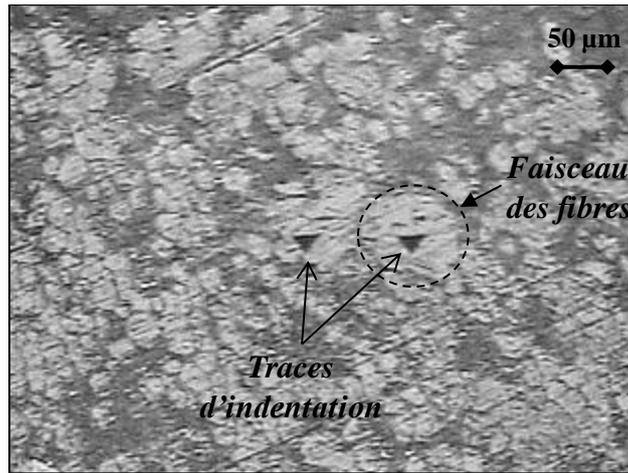


Figure 4.18 : Traces d'indentation obtenues par imagerie optique sur le nanoindenteur MTS sur les fibres de lin

Les mesures d'indentation sur le nanoindenteur MTS ont été réalisées en mode CSM (*Continuous Stiffness Measurement*) décrit dans le [Chapitre 2](#) et qui permet de mesurer le module d'élasticité en continue lors du déplacement de la pointe dans la matière. Ce dispositif permet aussi d'accéder à des profondeurs de pénétration qu'on ne peut pas atteindre avec l'AFM.

La [Figure 4.19](#) illustre les résultats des modules d'élasticité calculés en fonction de la profondeur de contact (h_c). On constate que les trois matériaux génèrent un comportement similaire. En effet, le module l'élasticité pour chaque matériau est à son maximum au début du chargement à faibles profondeurs de contact. Une chute de module est observée en augmentant la profondeur de contact pour devenir par la suite quasi constant à partir d'une certaine profondeur (~ 100 nm). On remarque, en revanche, que le verre est le plus sensible à la variation de la profondeur de contact ([Figure 4.19\(a\)](#)).

Avec la nanoindentation MTS, et pour une plage de profondeur de contact entre 0 et 500 nm, on obtient un module entre 60 et 95 GPa pour les fibres de verre ([Figure 4.19\(a\)](#)), un module entre 2 et 5 GPa pour la matrice PP ([Figure 4.19\(b\)](#)) et un module entre 11 et 22 GPa pour les fibres de lin ([Figure 4.19\(c\)](#)). Il est important de noter que la variation du module, dans le cas des fibres de verre et de la matrice PP, est due essentiellement à la variation de la profondeur de contact, tandis que la variation du module dans le cas des fibres de lin est due particulièrement à la dispersion entre les différentes mesures sur différentes fibres.

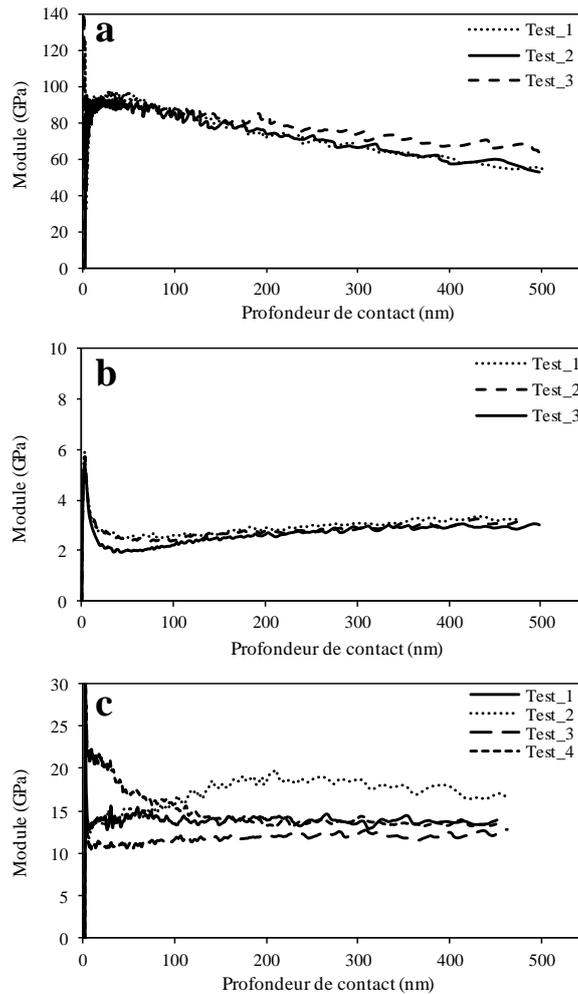


Figure 4.19 : Module d'élasticité obtenu par nanoindentation MTS. a) fibres de verre, b) matrice PP et c) fibres de lin

4.3 Comparaison multiéchelle des propriétés mécaniques

Afin de comparer les propriétés mécaniques sur les différentes échelles caractéristiques d'un agrocomposite, les résultats obtenus par AFM et par nanoindenteur MTS ont été confrontés dans un même graphe en ne prenant en compte que la plage des profondeurs de contact générée par la nanoindentation AFM car c'est la plus faible. Ceci permettra de comparer les propriétés à l'échelle microscopique de la fibre élémentaire obtenue par nanoindentation AFM, et à l'échelle mesoscopique de la fibre technique obtenue par nanoindentation MTS. Pour l'échelle macroscopique, les valeurs des modules d'élasticités récoltées de la littérature pour chaque matériau [11,13] ont été prise en compte dans la comparaison.

La **Figure 4.20** illustre une comparaison des valeurs du module d'élasticité pour les fibres de verre. On constate que les indentations par AFM à l'échelle microscopique de contact et par nanoindenteur MTS à l'échelle mesoscopique de contact donnent des valeurs similaires. Ces

valeurs sont légèrement supérieures à celles des essais de traction issues de la littérature car les déplacements et les déformations dans les essais de traction sont plus importantes, ce qui réduit la rigidité par contribution de la composante plastique. On retrouve les mêmes valeurs de la littérature en augmentant le déplacement comme il a été montré dans la **Figure 4.19(a)**. En général, les valeurs de module sont dans le même ordre de grandeur pour les trois échelles caractéristiques de contact.

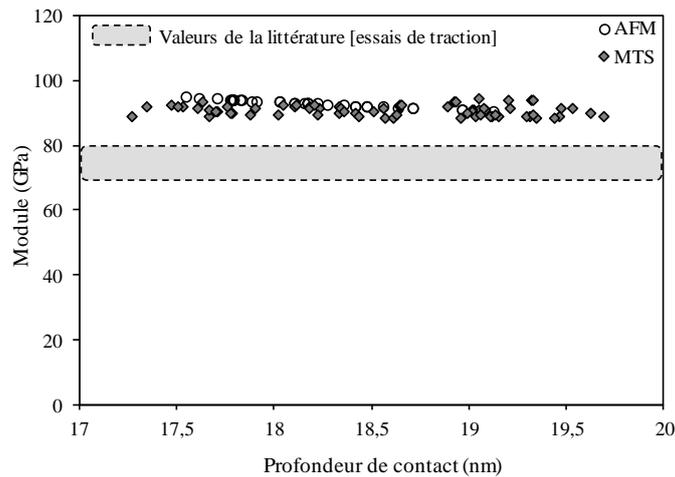


Figure 4.20 : Comparaison du module d'élasticité pour les fibres de verre obtenu par AFM et nanoindenteur MTS avec les résultats de la littérature

La **Figure 4.21** présente la même comparaison pour la matrice PP. Comme pour les fibres de verre, le module obtenu par nanoindentation est légèrement supérieur à celui de la littérature. Le module obtenu par AFM décroît avec la profondeur de contact pour devenir similaire à celui de la littérature. Les valeurs des modules restent aussi dans le même ordre de grandeur.

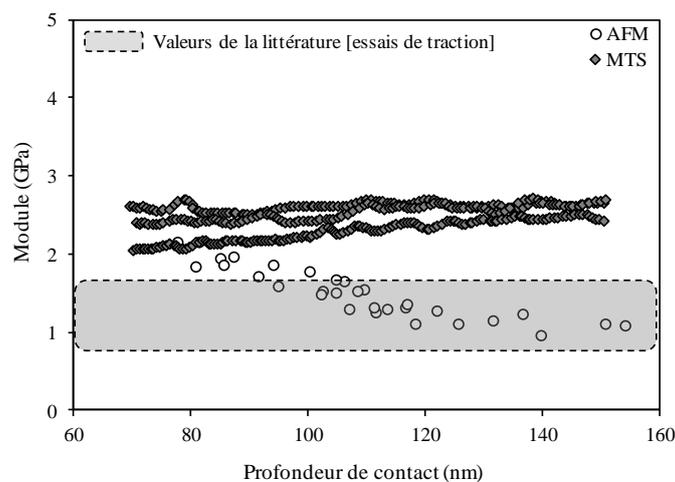


Figure 4.21 : Comparaison du module d'élasticité pour la matrice PP obtenu par AFM et nanoindenteur MTS avec les résultats de la littérature

Les fibres végétales de lin présentent un comportement totalement différent. La **Figure 4.22** montre que les valeurs du module dévoilent une différence importante en changeant l'échelle de contact pour la caractérisation mécanique. Contrairement aux fibres de verre et à la matrice PP, les valeurs de module obtenues par nanoindentation sont plus faibles que celles issues de la littérature. Il y a une différence considérable entre les modules obtenus suivant l'échelle de contact. En effet, à l'échelle microscopique, les valeurs de module obtenues par nanoindentation AFM sont trop faibles par rapport aux valeurs de la littérature (1 GPa maximum). Le module augmente en augmentant l'échelle de contact. Ainsi, à l'échelle mesoscopique, les valeurs de module obtenus par nanoindenteur MTS sont plus importantes mais toujours inférieures à celle à l'échelle macroscopique issues de la littérature. On constate aussi l'augmentation de la dispersion en augmentant l'échelle de contact.

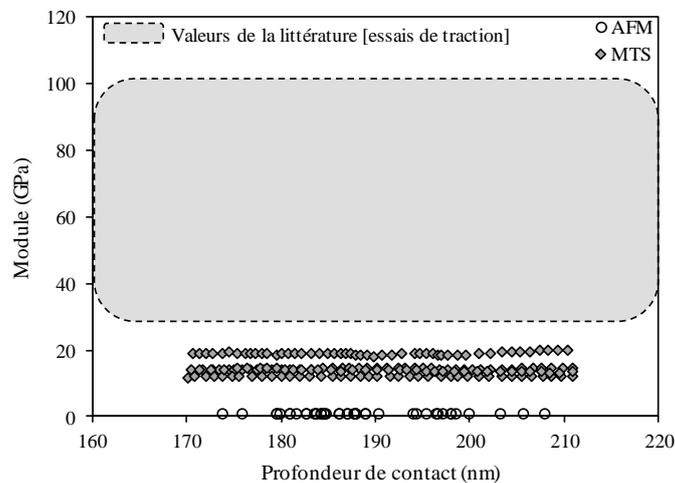


Figure 4.22 : Comparaison du module d'élasticité pour les fibres de lin obtenu par AFM et nanoindenteur MTS avec les résultats de la littérature

Pour synthétiser cette comparaison, la **Figure 4.23** regroupe les valeurs des modules pour les trois matériaux sur les différentes échelles de contact. Il est bien clair que les fibres végétales de lin sont les plus impactées par l'échelle de contact lors de la caractérisation. Le module d'élasticité pour les fibres de lin, et contrairement aux fibres de verre, augmente considérablement en augmentant l'échelle de contact. Ceci est dû principalement à la structure spécifique hétérogène d'une fibre végétale. En effet, et comme bien expliqué dans la **Chapitre 1**, une fibre végétale est elle-même une structure composite en microfibrilles de cellulose qui sont enrobées dans une matrice naturelle d'hémicellulose amorphe et de lignine. A l'échelle microscopique de contact et avec un rayon de courbure de 40 nm, c'est plutôt la phase polymère de la fibre qui est sollicitée lors de l'indentation. On retrouve alors des valeurs de module qui se rapproche du module des polymères constituant la phase amorphe. En augmentant l'échelle de contact et le rayon de courbure, on commence à solliciter les microfibrilles de cellulose qui sont responsables de la

rigidité des fibres végétales. Ainsi, le module d'élasticité augmente à l'échelle mesoscopique de contact. A l'échelle macroscopique, toutes les microfibrilles de cellulose sont sollicitées et le module d'élasticité devient alors plus important. La dispersion augmente considérablement en augmentant l'échelle d'analyse dans le cas des fibres de lin car on prend beaucoup plus en compte le caractère naturel des fibres végétales (forme des fibres et des microfibrilles, taux des microfibrilles dans la fibre, taille des fibres ...).

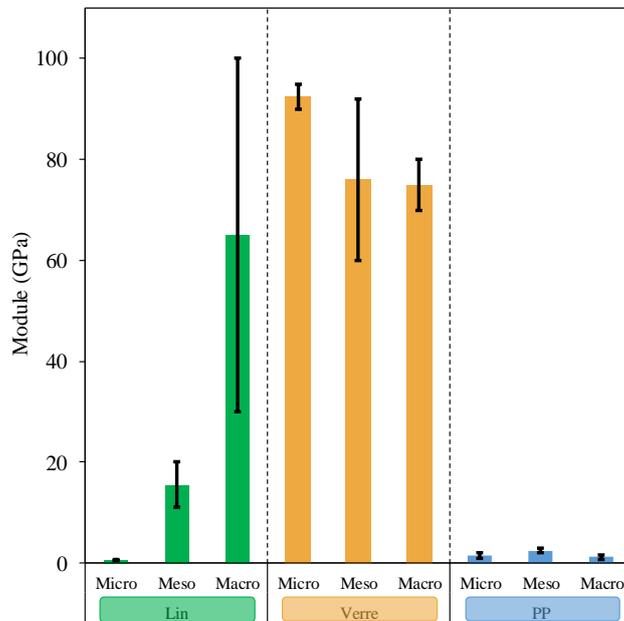


Figure 4.23 : Comparaison multiéchelle de la rigidité des trois matériaux étudiés

5 Etude des propriétés tribologiques multiéchelle des agrocomposites

Les essais tribologiques ont été réalisés par des tests de rayage (ou scratch test). Afin de générer différentes échelles de contact pointe/matière, ces essais ont été conduits avec l'AFM et avec le nanoindenteur MTS. En effet, avec l'AFM, la pointe glisse sur la surface à chargement et vitesse constants. Les échelles de résolution de l'AFM ainsi que la taille de la pointe permettent de glisser sur une distance de 10 μm . Ceci permettra de travailler sur la fibre élémentaire seule et la matrice polymère seule. Le signal de frottement est mesuré le long de la distance du glissement et le coefficient de frottement apparent est ainsi déterminé par le calcul du ratio entre la moyenne du signal de frottement et la charge appliquée à chaque configuration de rayage. Pour les essais de rayage sur la nanoindenteur MTS, le signal de frottement est mesuré à chargement continument croissant et vitesse de glissement constante. Le signal de frottement évolue en fonction du chargement lors du glissement de la pointe. La distance de glissement est de 5 mm. Ceci permettra, dans ce cas, de prendre en compte lors du rayage toutes les phases présentes dans le matériau. Le coefficient de frottement apparent est alors déterminé en calculant le ratio entre la valeur du signal de frottement à chaque point de mesure et la charge correspondante à ce point. Le **Tableau 4-2** résume les conditions des essais de rayage pour les deux systèmes.

Tableau 4-2 : Conditions de glissement pour les essais de rayage par AFM et par MTS

	Charge (μN)		Vitesse de glissement ($\mu\text{m/s}$)	
	AFM	10	20	2
			6	8
			10	
MTS Nano-Instrument	Vitesse de glissement (mm/min)		Vitesse de chargement (N/min)	
	2.5		40	
	5		20	
	10		10	
	Charge finale correspondante (N)			

5.1 Rayage par AFM

Comme pour les essais d'indentation, la surface de rayage a été scannée afin de bien choisir la trajectoire du glissement sur la fibre seule et sur la matrice seule. L'AFM est utilisé en mode contact pour les essais de rayage. La **Figure 4.24** illustre les résultats du coefficient de frottement apparent (μ_{app}) à différentes conditions de glissement. On ne remarque pas d'effet de la vitesse de

glissement sur le coefficient de frottement des fibres de verre. En revanche, le coefficient de frottement diminue considérablement en augmentant la charge appliquée (**Figure 4.24(a)**). Pour la matrice PP, Le coefficient de frottement augmente légèrement en augmentant la vitesse de glissement et ne présente pas une dépendance significative de la charge appliquée (**Figure 4.24(b)**). Les fibres de lin, quant à elles, présentent un comportement tribologique différent. En effet, il y a une interaction entre l'effet de la vitesse de glissement et celui de la charge appliquée (**Figure 4.24(c)**). L'effet de la vitesse de glissement est ainsi observé en augmentant la charge où le coefficient de frottement diminue en augmentant la vitesse de glissement. Cet effet disparaît à faibles charges. De plus, l'effet de la charge appliquée est bien présent à faibles vitesses de glissement où, contrairement aux fibres de verre, le coefficient de frottement augmente en augmentant la charge appliquée. L'augmentation de la vitesse de glissement annule l'effet de la charge sur le frottement des fibres de lin.

Sur les échelles microscopiques de contact, les fibres de verre dévoilent un comportement tribologique similaire à celui sur des échelles macroscopiques de contact avec des essais conventionnelles de frottement où le coefficient de frottement apparent diminue aussi en augmentant la charge appliquée et la vitesse de glissement comme il a déjà été montré dans la littérature [99]. En revanche, il n'y a pas d'influence de la vitesse de glissement sur les échelles microscopiques de contact à cause des faibles distances de parcours.

Les fibres de lin révèlent un comportement opposé à celui des fibres de verre à l'échelle microscopique de contact où le coefficient de frottement diminue avec l'augmentation de la charge. En effet, même si les essais de rayage sont réalisés en absence de lubrification, les fibres végétales sont en générale des matériaux hydrophiles et ont l'habilité d'absorber l'humidité. Les fibres végétales peuvent absorber une grande quantité d'eau dans leurs parois cellulaires grâce au fait que la cellulose, l'hémicellulose et la lignine présentent des groupes hydroxyle polaires qui sont très attractifs pour les liaisons hydrogène de l'eau présentes dans un milieu humide [100]. En conséquence, l'interface de contact tribologique peut localement être modifiée par la présence des molécules d'eau qui vont générer des effets de capillarité sur cette interface. Ainsi, et sur les échelles microscopiques de contact, les fibres de lin présentent un comportement tribologique similaire à celui des fibres de verre sur les échelles macroscopiques de contact avec une lubrification à l'eau où le coefficient de frottement augmente aussi en augmentant la charge appliquée [99].

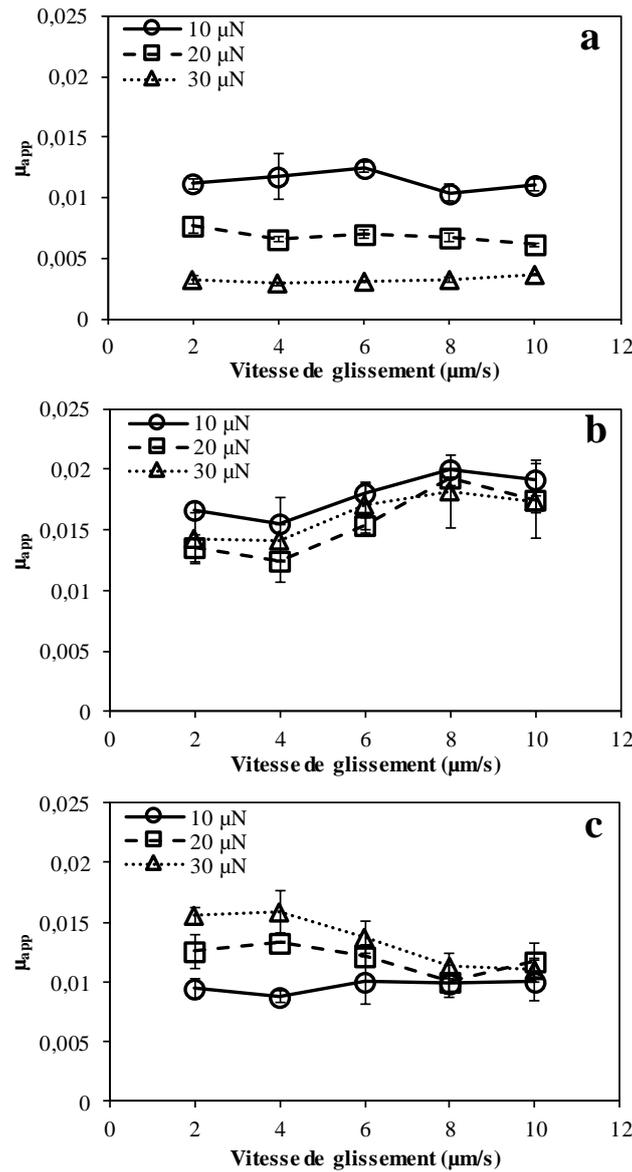


Figure 4.24 : Coefficient de frottement apparent obtenu par les essais de rayage sur AFM pour différentes charges appliquées. (a) fibres de verre, (b) matrice PP et (c) fibres de lin

En comparant les valeurs du coefficient de frottement apparent pour les trois matériaux. On retrouve que, étonnamment, le coefficient de frottement des fibres de lin est supérieur à celui des fibres de verre dans les mêmes conditions. Il est bien connu dans la littérature à des échelles macroscopiques de contact que les fibres de verre génèrent des coefficients frottement plus supérieurs à ceux des fibres de lin à cause du caractère abrasif des fibres de verre [61,82,83]. La matrice PP présente les coefficients de frottement les plus élevés, ce qui est en cohérence avec le comportement à l'échelle macroscopiques des matrices polymères où le coefficient de frottement est élevé par la contribution des mécanismes de d'adhésion et de déformation lors du contact [80,81].

Le comportement tribologique à l'échelle microscopique des trois matériaux peut être expliqué par le comportement mécanique lors du contact avec la pointe d'indentation. La **Figure 4.25** montre les courbes de comportement obtenues par nanoindentation AFM. On peut bien remarquer que, à iso chargement, les fibres de verre génèrent un comportement élastique, la matrice polymère possède un comportement plastique tandis que les fibres de lin engendrent un comportement viscoélastique. Il est bien connu dans la littérature qu'un comportement viscoélastique d'un matériau hétérogène augmente le frottement en rajoutant une composante supplémentaire au coefficient de frottement apparent [101]. La même contribution d'une composante plastique induit une augmentation du coefficient de frottement [102]. Ces contributions tribo-mécaniques peuvent expliquer les coefficients de frottement supérieurs pour les fibres de lin et la matrice PP par rapport aux fibres de verre.

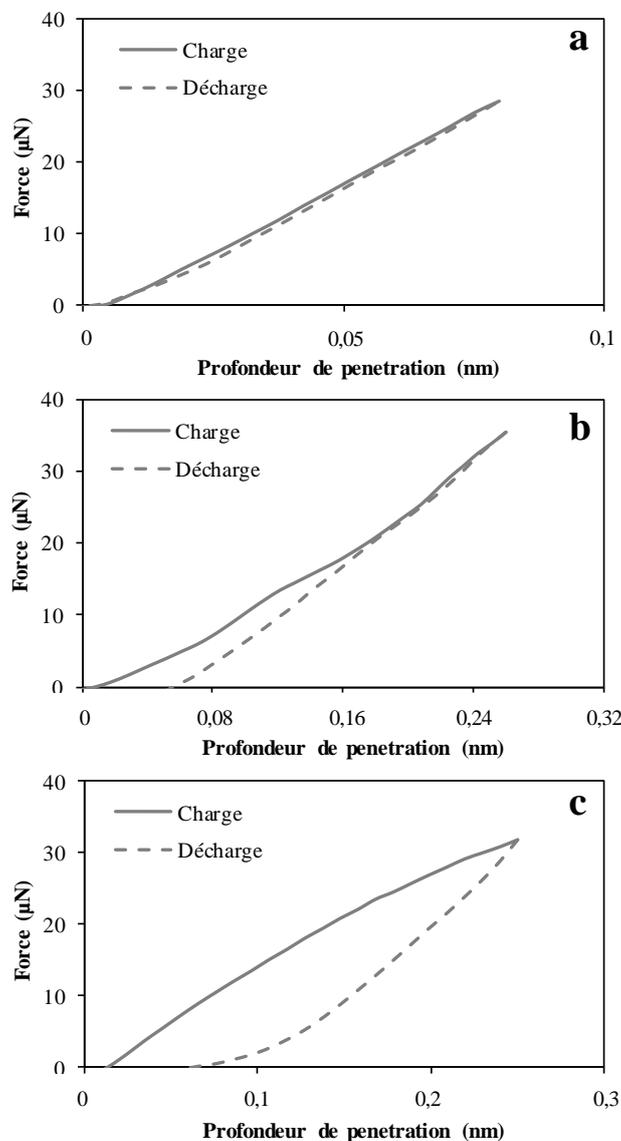


Figure 4.25 : Courbes typiques de charge-décharge obtenues par nanoindentation AFM. (a) fibres de verre, (b) matrice PP et (c) fibres de lin

5.2 Rayage par nanoindenteur MTS

La **Figure 4.26** montre le coefficient de frottement apparent obtenu par les essais de rayage sur le nanoindenteur MTS. Le coefficient de frottement apparent calculé dans ce cas est sur l'ensemble de la structure de chaque composite. Les valeurs du coefficient de frottement sont beaucoup plus élevées que celles obtenues par rayage AFM car on n'est pas sur les mêmes échelles de contact et on n'est pas non plus sur les mêmes ordres de grandeur en ce concerne la charge appliquée.

Le coefficient de frottement apparent pour les fibres de verre est à son maximum à faible chargement et augmente ensuite par l'augmentation de la charge appliquée jusqu'à devenir constant avec une valeur moyenne d'environ 0.17. Les fibres de lin génèrent les mêmes valeurs au départ des coefficients de frottement comme pour les fibres de verre. En revanche, et contrairement aux fibres de verre, le coefficient de frottement des fibres de lin augmente avec l'augmentation de la charge jusqu'à devenir constant à un chargement d'environ 6N avec une valeur moyenne de 1. On ne constate pas un effet significatif de la vitesse de glissement sur le coefficient de frottement dans le cas du rayage par nanoindenteur MTS.

Le comportement tribologique sur les échelles mesoscopiques de contact par rayage MTS correspond au comportement tribologique sur les échelles microscopiques de contact par rayage AFM. En effet, les essais de rayage par nanoindenteur MTS démontrent que l'augmentation de la charge appliquée augmente le coefficient de frottement pour les fibres de lin et le diminue pour les fibres de verre. Puisqu'il n'y a pas d'effet significatif de la charge sur le frottement de la matrice polymère comme il a été démontré par les essais de rayage AFM (**Figure 4.24(b)**), la variation du comportement en frottement pour les deux matériaux composites est fortement contrôlée par le renforcement fibreux. Les mêmes interprétations physiques discutées pour le rayage AFM (**Section 5.1**) peuvent être appliquées pour le rayage avec le nanoindenteur MTS.

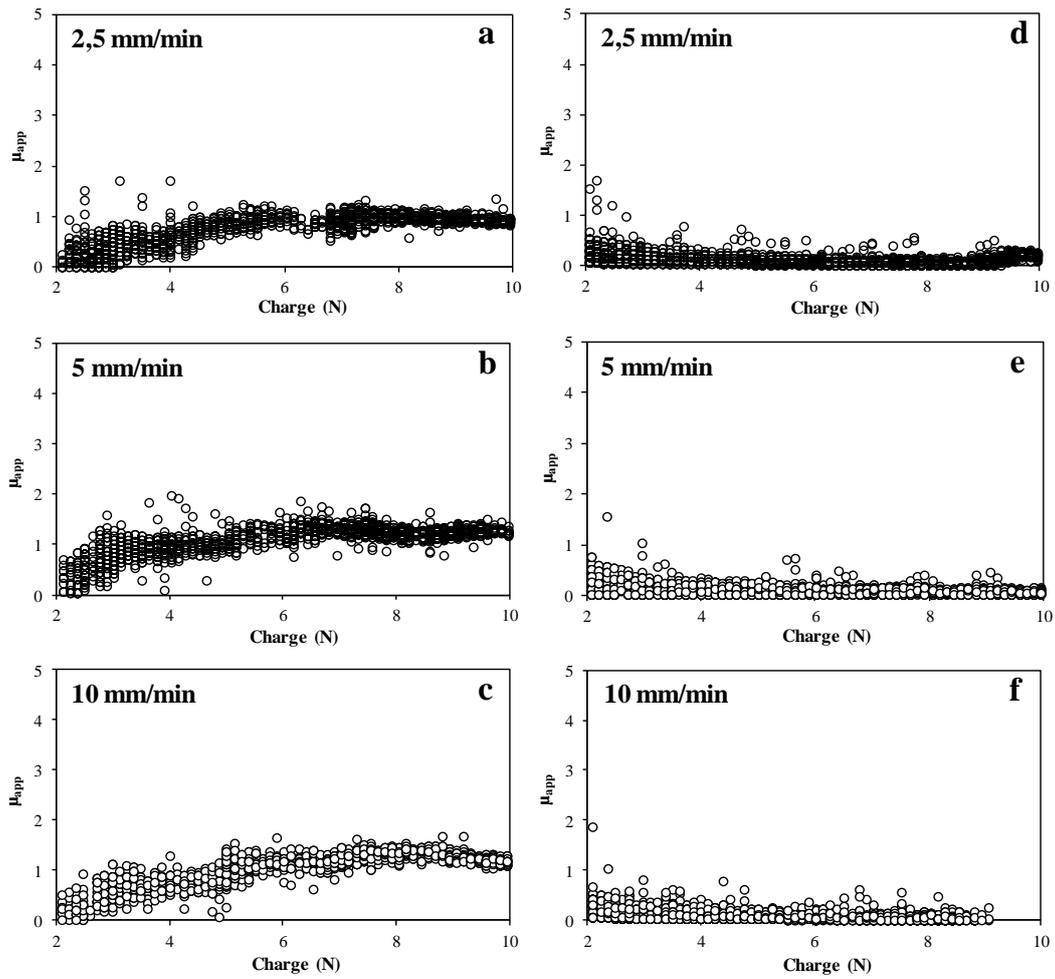


Figure 4.26 : Coefficient de frottement apparent obtenu par rayage MTS pour différentes vitesses de glissement. (a,b,c) lin/PP et (d,e,f) verre/époxy

6 Conclusion

Les essais expérimentaux de coupe orthogonale montrent que, sur toutes les configurations de coupe testées, les agrocomposites génèrent un copeau continu dont les fibres et la matrice gardent une bonne adhésion au sein du copeau. La flexibilité transversale des fibres végétales leur permet de se déformer et suivre le mouvement de la matrice liante et ainsi éviter une rupture fragile du matériau par décohésion fibre/matrice.

L'analyse tribo-mécanique par nanoindentation et rayage a permis de déterminer l'origine des échelles caractéristiques identifiées lors de l'usinage des agrocomposites. En effet, les comportements mécanique et tribologique des fibres végétales représentent un effet d'échelle lors du contact à cause de leur hétérogénéité intrinsèque, contrairement aux fibres de verres ou de carbone qui ont une structure homogène.

L'ensemble des conclusions issues du **Chapitre 3** et du **Chapitre 4** montrent que le couplage entre l'analyse multiéchelle, l'analyse mutiphysique et les mécanismes élémentaires de coupe donne une méthodologie efficace et robuste pour qualifier l'usinabilité des agrocomposites sans passer par des grands plans d'essais. Le **Chapitre 5** présente une validation de cette approche méthodologique de qualification via une application sur une pièce industrielle.