

Caractérisation de la résistance en cisaillement interfaciale des composites thermoplastiques PA66/fibres de carbone recyclées

Sabrine Jlassi, Florentin Berthet, Gérard Bernhart, Maxime Boulanghien, Sylvain Corveleyn

▶ To cite this version:

Sabrine Jlassi, Florentin Berthet, Gérard Bernhart, Maxime Boulanghien, Sylvain Corveleyn. Caractérisation de la résistance en cisaillement interfaciale des composites thermoplastiques PA66/fibres de carbone recyclées. Journées Nationales sur les Composites 2017, École des Ponts ParisTech (ENPC), Jun 2017, 77455 Champs-sur-Marne, France. hal-01623680

HAL Id: hal-01623680

https://hal.science/hal-01623680

Submitted on 25 Oct 2017

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers. L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Caractérisation de la résistance en cisaillement interfaciale des composites thermoplastiques PA66/fibres de carbone recyclées

Characterization of the Interfacial shear strength of short-recycled carbon fibrereinforced PA66 thermoplastic composites

Sabrine JLASSI¹, Florentin BERTHET¹, Gérard BERNHART¹, Maxime BOULANGHIEN², Sylvain CORVELEYN¹

1 : Institut Clément Ader (ICA), Université de Toulouse, CNRS, Mines Albi, UPS, INSA, ISAE-SUPAERO, Campus Jarlard, 81013 Albi CT Cedex 09, France sabrine.jlassi@mines-albi.fr florentin.berthet@mines-albi.fr gerard.bernhart@mines-albi.fr

2 : Alpha Recyclage Composites 4, rue Jules Védrines, F- 31031 Toulouse CEDEX 4 m.boulanghien@alpharecyclage.com

Résumé

L'un des paramètres les plus importants affectant les propriétés mécaniques des matériaux composites est l'adhésion entre ces constituants qui peut être caractérisée par la résistance de cisaillement à l'interface (IFSS: Interfacial Shear Strength). La plupart des méthodes expérimentales permettant l'évaluation de l'IFSS sont appliquées sur des composites mono filamentaires. En revanche, il existe deux méthodes indirectes reposant sur les modèles d'Aykol et Isitman ainsi que le modèle de Bowyer et Bader modifié qui permettent l'évaluation de l'IFSS à partir d'une analyse de la réponse contrainte-déformation d'un composite renforcé de fibres courtes en traction. Dans la présente étude, ces modèles ont été appliqués aux résultats expérimentaux de la réponse contrainte-déformation en traction d'un composite thermoplastique (PA66/fibre de carbone recyclées) pour évaluer l'IFSS et le facteur d'orientation des fibres dans le composite. Les valeurs de l'IFSS et du facteur d'orientation des fibres trouvées varient respectivement de 48 à 52 MPa et de 0,43 à 0,44.

Abstract

One of the most important parameter affecting the mechanical properties of composite materials is the adhesion of components which can be characterized by the interfacial shear strength (IFSS). Most of the experimental methods for the evaluation of IFSS are applied to single fiber composites. But, there are two indirect methods based on the Aykol and Isitman models as well as the Bowyer and Bader modified model for the IFSS evaluation from an analysis of the stress-strain tensile response of short fiber reinforced composites. In the present study, these models were applied to the experimental results of a thermoplastic composite (PA66 / recycled carbon fiber) to evaluate the IFSS and the fiber orientation factor of the composite. The values of IFSS and the fiber orientation factor range respectively between 48 to 52 MPa and 0,43 to 0,44.

Mots Clés : fibres de carbone recyclées, PA 66, résistance au cisaillement à l'interface, composites injectés. **Keywords:** recycled carbon fibers, PA66, interfacial shear strength (IFSS), injection molded composites.

1. Introduction

Les composites thermoplastiques renforcés de fibres de carbone s'imposent de plus en plus dans l'industrie automobile grâce à leur résistance et légèreté. Les propriétés mécaniques de ces matériaux dépendent particulièrement des caractéristiques des constituants de base, fibres et matrice [1-2]. Par ailleurs, même si ces constituants ont individuellement de bonnes propriétés mécaniques, l'adhésion fibre/matrice est nécessaire afin d'assurer correctement le transfert des charges et des contraintes au sein du composite [3]. Le transfert de charge entre la fibre et la matrice peut être quantifié par la

résistance de cisaillement à l'interface (IFSS: Interfacial Shear Strength) [3-4]. Cette caractéristique peut être déterminée par des essais micromécaniques tels que l'essai de fragmentation, le test de la goutte, le test de pull-out et la micro-indentation sur monofilament [5-6]. Tous ces essais permettent d'accéder localement au comportement de l'interface [6]. Cependant, en raison de la forte sensibilité des essais aux conditions expérimentales, les résultats montrent une très grande variabilité [5-6]. Il s'est avéré que la meilleure méthode pour évaluer l'adhésion fibre/matrice est de déterminer la résistance interfaciale en se basant sur des analyses de la réponse contrainte-déformation des composites [7-8-9]. Ces analyses reposent sur la minimisation de l'écart entre une solution analytique de la résistance à la traction (Eq.1: loi des mélanges modifiée) et la réponse contrainte-déformation expérimentale du composite en traction. La loi des mélanges modifiée fait intervenir plusieurs paramètres: le module d'élasticité de la fibre, E_f ; la contrainte de la matrice, σ_m ; le taux volumique de fibres, V_f ; le facteur d'efficacité de l'orientation des fibres η_{FOD} ; facteur d'efficacité de distribution des longueurs des fibres, η_{FLD} .

$$\sigma_c(\varepsilon) = \eta_{FOD} \, \eta_{FLD} \, \varepsilon \, E_f \, V_{f+} \, \sigma_m \, (1 - V_f) \tag{Eq. 1}$$

La résistance interfaciale est donc déterminée par des méthodes itératives et la valeur à retenir est donc celle qui permet de réduire au maximum l'écart entre la réponse contrainte-déformation expérimentale et la réponse analytique (Eq.1) en se basant sur le modèle d'Aykol et Isitman (modèle élastique) et celui de Bowyer et Bader modifié (modèle élastique parfaitement plastique).

1.1. Modèle d'Aykol et Isitman

Il a été démontré dans [8] que la principale limitation de la résistance des composites renforcés de fibres courtes est la rupture des fibres en longueurs sub-critiques durant le moulage par injection. Selon la méthode développée dans [8] et [9] le facteur efficacité de longueur prend en considération la contribution des longueurs sub-critiques (premier terme de l'(Eq.2)) et super-critiques (second terme de la même équation) des fibres. Il est remplacé dans l'Eq.1 par l'expression suivante:

$$\eta_{FLD} = \sum_{i}^{li < lc} \frac{\tau}{d} l_i V_i + \sum_{i}^{li > lc} \left(1 - \frac{lc}{2l_i} \right) \varepsilon V_i E_f$$
 (Eq. 2)

Avec d, le diamètre des fibres; ε , la déformation; τ , la résistance interfaciale ; E_f le module de la fibre et l_c , la longueur critique définie par:

$$l_{c} = \frac{Ef \varepsilon d}{2\tau}$$
 (Eq. 3)

La distribution des longueurs des fibres courtes dans les composites injectés suit une loi de Weibull dont la densité de probabilité [8] est donnée par la relation suivante:

$$P_{l} = K n l^{n-1} e^{-Kl^{n}} dl$$
 (Eq. 4)

Avec *n* et *K* sont respectivement le paramètre de forme et le paramètre d'échelle de la distribution de Weibull.

Le facteur d'efficacité de longueur généralisé selon Aykol et Isitman s'écrit alors en fonction de K, n et l_c (Eq. 5) et remplacé dans (Eq. 1) par:

$$\eta_{FLD}(\varepsilon) = \frac{1}{2} \left[e^{-Klc^n} - \frac{\Gamma\left(\frac{1}{n}; Kl_c^n\right) - \Gamma\left(\frac{1}{n}\right)}{l_c n K^{1/n}} - l_c n K^{1/n} \Gamma\left(1 - \frac{1}{n}; Kl_c^n\right) \right]$$
(Eq. 5)

Ce modèle a été appliqué dans [10] sur un composite PA66/fibres de carbone vierges et a contribué à une bonne approximation du comportement mécanique du composite par cette méthode pour des valeurs de l'IFSS de l'ordre de 90 MPa. Or dans la littérature [3-16-17] les valeurs de l'IFSS pour

des fibres de carbone varient de 30 à 60 MPa. Ceci nous a amené à chercher une autre méthode qui permettra une bonne approximation de la résistance des composites pour des valeurs de l'IFSS proche de la réalité.

Un nouveau modèle, faisant intervenir le comportement non-linéaire de la matrice, a été donc étudié. Ce modèle a été introduit par Andersons dans [11] en se basant sur le modèle de Bowyer et Bader modifié.

1.2. Modèle d'Andersons

La non linéarité de la réponse contrainte déformation du composite peut être due à la non linéarité du comportement de la matrice. En se basant sur cette hypothèse, une étude récente présentée dans [11] sur les composites fibres naturelles a mis en évidence deux formes de transfert de contrainte : élastique parfaitement plastique et rigide parfaitement plastiqu.

- Approche d'un transfert de contrainte élastique parfaitement plastique La résistance interfaciale a été évaluée dans ce cas par un modèle qui fait intervenir une nouvelle expression du facteur d'efficacité de distribution des longueurs (Eq. 6).

$$\eta_{l}^{*}(l) = \begin{cases} 1 - \frac{\tanh\frac{\beta l}{2}}{\frac{\beta l}{2}} & l \leq l_{el} \quad (1) \\ 1 - \left(1 - \frac{2\tau l_{p}}{E_{f} \varepsilon r_{f}}\right) \frac{\tanh\beta(\frac{l}{2} - l_{p})}{\frac{\beta l}{2}} - \frac{2l_{p}}{l}\left(1 - \frac{\tau l_{p}}{E_{f} \varepsilon r_{f}}\right) & l > l_{el} \quad (2) \end{cases}$$
(Eq. 6) [9]

Pour de faibles déformations, le transfert est dit linéaire élastique (Eq.6(1)) et les longueurs des fibres sont inférieures à une longueur, l_{el} dite élastique (Eq.7). La longueur l_{el} est déterminée en fonction de la résistance interfaciale τ , le rayon de la fibre r_f , le module de fibre E_f ainsi que le « Shear-lag parameter » β .

$$l_{el} = \frac{2}{\beta} \tanh^{-1} \frac{2\tau}{E_f \varepsilon r_f}$$
 (Eq. 7)

Pour un arrangement hexagonal des fibres (i.e, volume élémentaire: $\frac{\pi}{2\sqrt{3}}$), le «Shear-lag parameter» β est définie par l'Eq.8 en fonction du rayon de la fibre r_f et du module de cisaillement de la matrice G_m .

$$\beta = \frac{2}{r_f} \sqrt{\frac{2G_m}{E_f \ln(\pi/(2\sqrt{3}V_f))}}$$
 (Eq. 8)

Andersons et al ont présenté dans [11] une équation permettant la détermination de la longueur l_p de la limite de la zone de cisaillement à l'interface et pour laquelle le comportement devient élastique parfaitement plastique (Eq.6(2)). La longueur l_p s'obtient en résolvant l'Eq.9.

$$coth \,\beta(l/2 - lp) + \beta lp = \frac{E_f \,\epsilon\beta \,r_f}{2\tau}$$
 (Eq. 9)

Généralement, les longueurs des fibres, dans les composites fibres courtes, sont variables avec une densité de probabilité de distribution P(l). Dans ce cas le facteur d'efficacité des longueurs des fibres est déterminé en remplaçant le η_l^* de l'Eq.6 par l'expression adéquate dans l'Eq.10 où < l > est la longueur moyenne des fibres.

$$\eta_l(l) = \frac{1}{\langle l \rangle} \int_0^\infty (\eta_l^*(l) \, l \, P(l)) \, dl$$
(Eq. 10)

- Approche d'un transfert de contrainte rigide parfaitement plastique

Il a été démontré dans [7] que le facteur d'efficacité de distribution des longueurs des fibres, pour un transfert de contrainte rigide parfaitement plastique, dépond de la longueur critique des fibres (Eq.11).

$$\eta_{l}^{*}(l) = \begin{cases} \frac{l}{2l_{c}} & l \leq l_{c} \\ 1 - \frac{l_{c}}{2l} & l > l_{c} \end{cases}$$
(Eq. 11)

$$P(l) = 1 - e^{\left[-\left(\frac{l}{l_W}\right)^n\right]}$$
 (Eq. 12)

Pour une distribution de longueur de fibre, P(l) de paramètres n et lw (Eq.12), le facteur d'efficacité des longueurs s'écrit sous la forme suivante:

$$\eta_{l}(l) = \left[\frac{\Gamma\left(1 + \frac{1}{n'}, \left(\frac{l_{c}}{l_{w}}\right)^{n}\right) + \frac{l_{w}}{nl_{c}} \left[\Gamma\left(\frac{2}{n}\right) - \Gamma\left(\frac{2}{n'}, \left(\frac{l_{c}}{l_{w}}\right)^{n}\right)\right] - \left(\frac{l_{c}}{l_{w}}\right) e^{\left[-\left(\frac{l_{c}}{l_{w}}\right)^{n}\right]}}{\Gamma\left(1 + \frac{1}{n}\right)} \right]$$
(Eq. 13)

Pour les différentes méthodes proposées ci-dessus, le facteur d'efficacité d'orientation des fibres, η_{FOD} , est déterminé à partir de la réponse linéaire du composite en faibles déformations caractérisée par le module élastique E_c selon l'Eq.14, en fonction des valeurs de η_{FLD} , des modules d'élasticité de la fibre E_f et de la matrice E_m ainsi que le taux volumique de fibre V_f . Ceci permettra l'estimation de l'IFSS comme étant la seule inconnue de la totalité de la réponse contrainte-déformation non-linéaire [11].

$$\eta_{FOD} = \frac{E_C - \left(E_m(1 - V_f)\right)}{\eta_{FLD} E_f V_f}$$
 (Eq.14)

2. Matériaux

Le matériau étudié est un composite PA66/fibres de carbone recyclées obtenu par injection sur une presse DK 65/160 de l'Institut Clément Ader de l'IMT Mines Albi-Carmaux. Les fibres de carbone (FCr) utilisées sont issue du recyclage des composites à matrice organique époxy renforcés de fibres de carbone AS4C, par le procédé innovant de vapothemolyse. C'est un procédé thermochimique qui utilise la vapeur d'eau surchauffée sous pression afin de décomposer la matrice organique du composite [12-13-14-15]. Les fibres sont ensuite compoundées sous forme de granulés avec de la résine Latamid 66 naturel de Lati.

Les éprouvettes obtenues, de forme haltère selon la norme ISO 527, ont été testées en traction. Les propriétés du composite sont résumées dans le tableau1.

Composite	Module E _c (MPa)	Module matrice E _m (MPa)	V _f (%)	Diamètre fibre (µm)
PA66/FCr	7800±200	3200	6,1	6,9

Tab. 1. Propriétés du composite PA66/FCr.

3. Résultats et discussions

La distribution des longueurs des fibres a été approximée à partir de la loi de Weibull (Eq. 4). Les paramètres n et K de cette loi sont obtenus par régression linéaire de courbe (ln (ln(1/1-probabilité de longueur cumulée))) en fonction de (ln(longueurs des fibres)) comme le montre la (Fig. 1).

La Fig.2 montre le type de corrélation qu'il est possible d'obtenir et l'adéquation des paramètres n= 2,230565 et K=2,25672E-6.

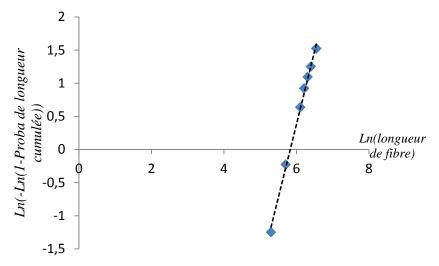


Fig. 1. Régression pour calcul des paramètres de Weibull.

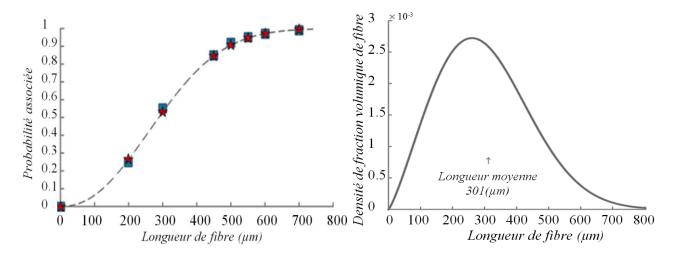


Fig.2. Fonction de répartition des longueurs des fibres

Fig.3. Longueur moyenne des fibres

En se basant sur l'approximation par la distribution de Weibull, la longueur moyenne des fibres est de $301\mu m$. Cette valeur est proche de la valeur moyenne déterminée expérimentalement $(313\pm141\mu m)$. La détermination du facteur d'efficacité des longueurs des fibres selon l'Eq. 5, permet d'obtenir la solution analytique de la réponse définie par l'Eq. 1.

L'évaluation de l'IFSS par une méthode itérative permet d'atteindre la valeur pour laquelle l'écart entre la réponse expérimentale et la solution analytique est minimal.

La Fig.4 présente l'évolution de l'écart entre la solution analytique et la courbe expérimentale en fonction de la résistance interfaciale. La distance minimale est obtenue pour une valeur de l'IFSS de 95,7 MPa. Pour cette valeur, la Fig.5 montre une bonne approximation de la courbe de traction expérimentale du composite par le modèle théorique défini par Aykol et Isitman.

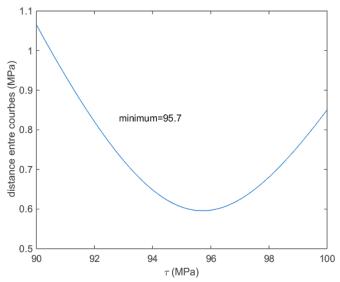


Fig.4. Détermination de l'IFSS du PA66/FCr 6.1%

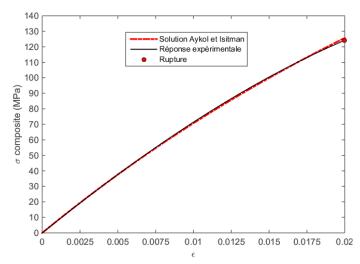


Fig.5. Courbe contrainte-déformation du PA66/FCr 6.1%

Pour un comportement élastique parfaitement plastique et rigide parfaitement plastique, l'approximation de la réponse contrainte déformation considère un comportement non-linéaire de la matrice. La réponse contrainte-déformation $\sigma_m = \sigma_m(\epsilon)$ de la matrice PA66 pur a été approximée par un polynôme d'ordre 4 ($\sigma_m = C_1 \ \epsilon + C_2 \ \epsilon^2 + C_3 \ \epsilon^3 + C_4 \ \epsilon^4$). Les coefficients du polynôme sont définis comme suit:

$$C_1 = 3290,5$$
; $C_2 = 25698$; $C_3 = -3000E + 03$; $C_4 = 4000E + 04$

La Fig.6-(a) montre une bonne approximation de la réponse contrainte déformation expérimentale par le modèle élastique parfaitement plastique. La valeur de la résistance interfaciale dans ce cas est égale à 51,4 MPa et c'est la valeur qui correspond à un écart minimal de 2,4774 MPa entre les deux courbes. En revanche l'approximation par le modèle rigide parfaitement plastique (Fig.6-(b)) montre un écart minimal plus important (3,4553 MPa) pour une valeur de l'IFSS de 49 MPa.

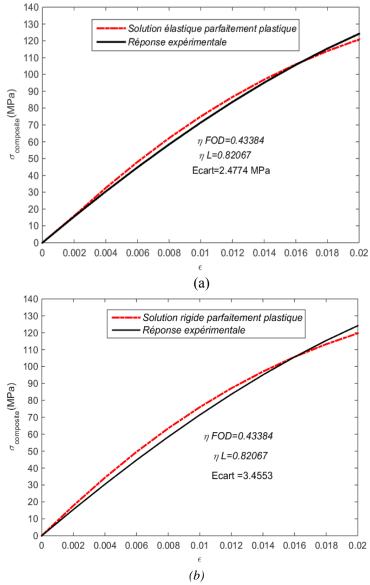


Fig.6. Courbe contrainte-déformation du PA66/FCr 6.1%: (a) approximation par le modèle élastique parfaitement plastique-(b) approximation par le modèle rigide parfaitement plastique

	Aykol et Isitman	Elastique parfaitement plastique	Rigide parfaitement plastique
τ(MPa)	$95,7 \pm 0,2$	$51,4 \pm 0,8$	$49 \pm 1,4$
η_{FOD}	$0,44 \pm 0,03$	$0,43 \pm 0,02$	$0,43 \pm 0,02$

Les erreurs représentent l'écart-type sur la moyenne

Tab. 2. Propriétés du composite PA66/FCr pour les différents modèles

Les valeurs de η_{FOD} , déterminées selon l'Eq.13 et révélant l'état d'orientation des fibres, sont très proches pour toutes les approches appliquées. Ces valeurs sont proches de même du coefficient d'orientation des fibres déterminé expérimentalement et qui correspond à la composante T_{11} =0,67 du tenseur d'orientation des fibres déterminé par analyses d'image des surfaces en coupe du composite selon la méthode décrite dans [18] (0,67²=0,4489).

La différence entre les résultats de la détermination de la résistance interfaciale par le modèle d'Aykol et Isitman et celui de Bowyer et Bader modifié se justifie par la considération de la non-linéarité de la réponse contrainte déformation de la matrice.

L'évaluation de l'IFSS dans [10] pour un composite PA66 renforcé à 5,7% de fibres de carbone vierges (avant le recyclage par vapothermolyse) a montré que les valeurs obtenues sont de l'ordre de $(90 \pm 3\text{MPa})$ selon le modèle d'Aykol et Isitman. Selon la même méthode, les fibres recyclées par vapothemolyse donnent des composites PA66/FCr dont l'IFSS est de 95,7 MPa. Les valeurs sont élevées par rapport aux valeurs expérimentales de $(36 \pm 2,2 \text{ MPa})$ déterminées à partir d'un essai de

fragmentation mono filamentaire avec une matrice PA6 sous forme de film [10-14]. Dans la littérature les valeurs de l'IFSS déterminées expérimentalement par des essais de fragmentation pour des composites thermoplastiques renforcés de fibres de carbone, varient de 30 à 60 MPa et dépassent les 60 MPa au cas où les fibres de carbone utilisées sont traitées à la surface [3-16-17].

Conclusion

L'objectif de cette étude était d'évaluer la résistance interfaciale d'un composite renforcé de fibres de carbone recyclées par vapothermolyse en se basant sur l'analyse de sa réponse expérimentale contrainte-déformation en traction. L'approximation de la réponse par loi des mélanges modifiée a permis d'accéder aux valeurs des IFSS en se basant sur 2 modèles différents. Les valeurs obtenues par le modèle d'Aykol et Isitman sont très élevées par rapport aux valeurs expérimentales. Selon la même méthode, les composites renforcés de fibres issues du recyclage présentent des IFSS légèrement supérieures à celles des composites fabriqués à partir de fibres neuves.

Pour une approximation par le modèle de Bowyer et Bader modifié, tenant en compte de la nonlinéarité de la réponse contrainte-déformation de la matrice, les valeurs de l'IFSS varient de 48 à 52 MPa. Ces dernières sont conformes avec les valeurs trouvées dans la littérature et plus proches des valeurs expérimentales obtenues par des essais de fragmentation.

Remerciements

Les auteurs tiennent à remercier la PME Toulousaine Alpha Recyclage Composites pour sa collaboration. Ces travaux s'appuient très largement sur les résultats de la thèse de Maxime BOULANGHIEN en convention CIFRE entre la PME Alpha Recyclage Composites et l'Ecole des Mines-Albi. Nous remercions également M Frédéric Leonardi de l'IPREM de PAU.

Références

- [1] N. PICCIRELLI, A.GIOCOSA, « Les composites dans l'industrie automobile ». *Techniques de l'ingénieur*, AM5600, Vol. 2, 2011.
- [2] L.T. DRZAL, M. MADHUKAR, « Fibre-matrix adhésion and its relationship composite mechanical properties ». *J. of Materials Science*, pp.569-610, 1993
- [3] J. DENAULT, « Interfacial interaction in carbon fiber/thermoplastic composites ». *J. of Composite Interfaces*, Vol. 2,pp. 275-289, 1994
- [4] H. NAKAMURA, Y. TANAKA, A. NAKAI, S.KOBAYASHI, N. IKUTA, « Interfacial properties of carbon fiber reinforced thermoplastic composites».
- [5] N. A. ISITMAN, M. AYKOL, G. OZKOC, G. BAYRAM, AND C. KAYNAK, "Interfacial strength in short glass fiber reinforced acrylonitrile-butadiene-styrene/polyamide 6 blends," Polym. Compos., 31, 392-398 (2010)
- [6] S. ERDEN, K.K.C. HO, S. LAMORINIERE, A.F. LEE, H. YILDIZ, A. BISMARCK, «Continuous Atmospheric Plasma Oxidation of Carbon Fibres: Influence on the Fibre Surface and Bulk Properties and Adhesion to Polyamide 12». *J. Plasma Chemistry and Plasma Processing*, Vol. 30, pp. 471-487, 2010
- [7] M. G. BADER AND W. H. BOWYER, "An improved method of production for high strength fibre-reinforced thermoplastics," *J. of Composites*, Vol. 4, pp. 150-156, 1973.
- [8] NA. ISITMAN, M. AYKOL «Continuum micromechanics of estimating interfacial shear strength in short fiber composites». Compos Interf, in press. Compos. Interf, Vol. 17, pp. 49-58, 2010.
- [9] M. AYKOL, NA. ISITMAN, E. FIRLAR, C. KAYNAK, « Strength of short fiber reinforced polymers: effect of fiber length distribution ». Polymer Composites, Vol. 29(6), pp 644–8, 2008.
- [10] F. BERTHET, M. BOULANGHIEN, G. BERNHART, Y. SOUDAIS, «Méthodes de détermination de la résistance en cisaillement à l'interface : Application au PA66 10%FC » Revue des composites et des matériaux avancés, Vol. 3, pp. 295-309, 2015.
- [11] J. ANDERSONS, J. MODNIKS, R. JOFFE, B. MADSEN, K. NÄTTINEN, « Apparent interfacial shear strength of short-flax-fiber/starch acetate composites ». *International Journal of Adhesion & Adhesives*, Vol. 64, pp. 78–85, 2016

- [12] S. YE, « Valorisation de déchet composites à matrice polymériques renforcés de fibres de carbone par un procédé de vapo-thermolyse ». *Thèse de doctorat*, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2012.
- [13] M. BOULANGHIEN, G. BERNHART, F. BERTHET, Y. SOUDAIS, S. DA SILVA, «Using steam thermolysis to recycle carbon fibres from composite waste», *JEC Composites Magasine*, N°100, 2015
- [14] M. BOULANGHIEN, « Formulation de composites thermoplastiques à partir de fibres de carbone recyclées par vapo-thermolyse ». *Thèse de doctorat, INP Toulouse*, 2014
- [15] O.N. ANDRÉA, « Composites renforcés à fibres de carbone : récupération des fibres par vapothermolyse, optimisation du procédé », *Thèse de doctorat*, Ecole nationale des Mines d'Albi-Carmaux, 2015.
- [16] D. BURN, L. HARPER, M.JOHNSON, N. WARRIOR, U. NAGEL, L. YANG, A. THOMASON, «The usability of recycled carbon fibres in short fibre thermoplastics: interfacial properties». *Journal of Materials Science*, Vol.51, pp. 7699-7715, 2016.
- [17] B. LIU, Z. LIU, X. WANG, G. ZHANG, S. LONG, J. YANG, «Interfacial shear strength of carbon fiber reinforced polyphenylene sulfide measured by the microbond test». *Journal of Polymer Testing*, Vol. 32, pp. 724–730, 2013
- [18] G. SAINT-MARTIN. «Étude typologique des défauts structuraux générés au cours de la mise en forme par injection de composites à matrice polymère thermostable renforcés par fibres de verre courtes». *Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris*, 2003