

# Influence du désensimage par traitement thermique sur les propriétés mécaniques de fibres de basalte

## *Effects of desizing by heat treatment on the mechanical properties of basalt fibers*

Florian Boutenel<sup>1</sup>, Gilles Dusserre<sup>1</sup>, Thierry Cutard<sup>1</sup>

<sup>1</sup> : Institut Clément Ader (ICA)  
Université de Toulouse, CNRS, IMT Mines Albi, INSA, ISAE-SUPAERO, UPS  
Campus Jarlard, F-81013 Albi, France  
e-mail : florian.boutenel@mines-albi.fr, gilles.dusserre@mines-albi.fr, thierry.cutard@mines-albi.fr

### Résumé

Cette étude s'intéresse à l'influence du désensimage par traitement thermique sur les propriétés mécaniques de fibres de basalte. Le traitement thermique à 350 °C pendant 10 h, considéré dans ces travaux, permet d'obtenir un désensimage complet des fibres. Les propriétés mécaniques des fibres de basalte avant et après désensimage ont été évaluées par essais de traction sur monofilaments. Une diminution de 34% de la résistance mécanique a été observée suite au désensimage tandis qu'aucune différence significative n'a été constatée sur le module d'Young. L'observation au MEB des faciès de rupture montre que les défauts présents à la surface des fibres sont responsables de la rupture. La structure du basalte n'étant pas modifiée au cours du traitement, la perte de résistance mécanique est exclusivement attribuée au désensimage. Celui-ci a révélé les défauts surfaciques des fibres et aggravé leur criticité. Des éprouvettes en matériaux composites unidirectionnels ont été fabriquées avec une matrice époxy et testées en considérant les deux états de fibres. Les différences de propriétés mécaniques observées sur les composites correspondent à celles observées sur les monofilaments. Autrement dit, la présence de la matrice ne permet pas de « protéger » les défauts surfaciques des fibres révélés par le désensimage, comme pouvait le faire l'ensimage.

### Abstract

This study deals with the effects of desizing by heat cleaning on the mechanical properties of basalt fibers. The heat treatment at 350 °C for 10 h, considered in this work, leads to a complete desizing of the fibers. The mechanical properties of basalt fibers before and after desizing were investigated by single fiber tensile tests. The tensile strength is reduced of 34% after desizing while no evolution of the Young's modulus is observed. SEM micrographs reveals that the defects located on the fibers surface are at the origin of the failure. Moreover, since the basalt structure is not modified during the treatment, the strength loss is only ascribed to sizing layer removal. In fact, the desizing reveals the surface flaws of the fibers and increases their criticality. Tensile specimens of unidirectional composite materials were produced with an epoxy matrix and tested by considering both fibers states. The differences of mechanical properties observed for the composite parts corresponds to those observed for single fibers. As a consequence, in the composite, the matrix is not able to play the protective role of the sizing.

**Mots Clés :** Fibres de Basalte, Ensimage, Traitement Thermique, Propriétés Mécaniques, Composites

**Keywords :** Basalt Fibres, Sizing, Thermal Treatment, Mechanical Properties, Composites

## 1. Introduction

Le basalte est une roche volcanique issue du refroidissement rapide d'un magma. La composition chimique de cette roche d'origine naturelle est similaire à celle du verre. Elle comprend principalement de la silice et de l'alumine et est complétée par de nombreux oxydes (CaO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO, K<sub>2</sub>O, Na<sub>2</sub>O et TiO<sub>2</sub>) dont la proportion dépend du lieu géographique d'extraction. L'élaboration de fibres continues de basalte est comparable à celle des fibres de verre. Des roches volcaniques en fusion (1500 °C - 1700 °C) sont extrudées à travers des filières. Toutefois, contrairement aux fibres de verre, la production de fibres de basalte consomme moins d'énergie et ne nécessite pas d'additifs. Les fibres de basalte présentent des propriétés mécaniques semblables à celles des fibres de verre de type E. Aussi, elles sont caractérisées par de bonnes stabilités thermiques et chimiques. De ce fait, les fibres de basalte se positionnent comme une alternative viable aux fibres de verre. Elles sont, par conséquent, employées en tant que

renfort pour des composites à matrice organique (à matrice thermoplastique ou thermodurcissable), métallique et céramique [1].

Au cours du procédé de fabrication des fibres, une couche de revêtement de nature organique, appelée « ensimage », est déposée à la surface des fibres afin de faciliter leur manipulation et les opérations de tissage [2]. Étant localisée au niveau de l'interface fibre/matrice, cette couche joue un rôle prédominant dans la tenue mécanique du matériau composite. Sa présence peut venir fragiliser cet interface et conduire à une diminution des propriétés mécaniques du composite [3]. Par conséquent, un désensimage (chimique ou thermique) peut être réalisé en amont de la phase de mise en œuvre de la matrice, si celle-ci n'est pas compatible avec l'ensimage.

Plusieurs études [4, 5, 6, 7] se sont intéressées aux effets de traitements thermiques sur les propriétés mécaniques des fibres de basalte mais aucune ne traite plus particulièrement du cas du désensimage. Une perte de résistance mécanique est généralement observée après traitement thermique. En particulier, Bhat et al. [6] ont constaté une diminution de 65% de la résistance mécanique en traction des monofilaments après un traitement thermique de 2 h à 450 °C, représentatif d'un cycle de recyclage de fibres. Néanmoins, le module d'Young n'était pas affecté par le traitement thermique. Cette perte de résistance mécanique est attribuée à un phénomène, thermiquement activé, de croissance des défauts de surface, résultant probablement de la réaction des silicates du basalte avec les molécules d'eau présentes dans l'air. De plus, les mêmes variations de propriétés mécaniques ont été observées au niveau de composites élaborés à partir de telles fibres.

La présente étude s'intéresse à l'influence du désensimage par traitement thermique sur les propriétés mécaniques de fibres de basalte, tant au niveau du monofilament qu'au niveau de leur utilisation dans un matériau composite. Un traitement thermique à 350 °C pendant 10 h, permettant un désensimage complet, a été considéré. Les propriétés mécaniques des monofilaments et des matériaux composites ont été évaluées par essais de traction.

## 2. Matériaux et Méthodes

### 2.1. Matières premières

Les fibres de basalte Filava™, considérées dans cette étude, ont été fournies par la société Isomatex S.A sous forme de bobines. Les caractéristiques de ces fibres sont les suivantes (Tab. 1) :

Diamètre nominal des fibres	11 $\mu\text{m}$
Masse volumique	2,60 $\text{g cm}^{-3}$
Masse linéique	100 Tex
Température de transition vitreuse	730 °C
Température de ramollissement	940 °C
Référence de l'ensimage	IS65 à base PVA

Tab. 1. Caractéristiques de la fibre FILAVA™ [8]

Aussi, la matrice utilisée pour la fabrication des éprouvettes en matériaux composites unidirectionnels est une matrice époxy (résine Epolam 5015, Axson Technologies).

### 2.2. Traitement thermique de désensimage

La température considérée dans cette étude pour le traitement thermique de désensimage est de 350 °C. Afin de déterminer le temps nécessaire pour obtenir un désensimage complet des fibres à cette température, une analyse de la perte de masse des fibres sous conditions isothermes (Fig. 1) a été réalisée grâce à un analyseur thermogravimétrique SetSys Evolution (Setaram Instrumentation). Cette

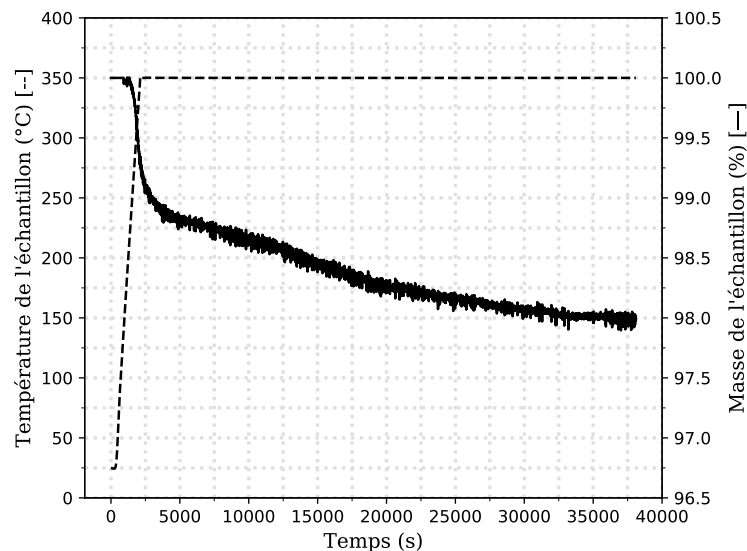


Fig. 1. Évolution de la perte de masse de fibres de basalte au cours d'une analyse thermogravimétrique isotherme à 350 °C

analyse montre une perte de masse au cours du temps. Celle-ci est liée au désensimage, c'est-à-dire à l'élimination de la couche de revêtement organique à la surface des fibres. La perte de masse totale observée est de 2,02% et ne varie plus après un temps d'analyse de 10 h. Ainsi, pour obtenir un désensimage complet, les fibres seront maintenues à 350 °C pendant un temps de 10 h.

Par la suite, un lot de fibres a été désensimé, sous air, suivant ce protocole dans un four réglé en température (modèle N11/H avec programmeur C290, Nabertherm GmbH). Après traitement, les fibres ont été refroidies à l'air ambiant avant tout essai.

### 2.3. Essais de traction sur monofilaments

Les propriétés mécaniques des fibres de basalte avant et après désensimage ont été investiguées par essais de traction sur monofilaments, suivant la norme ISO 11566 [9]. Des monofilaments ont été séparés des mèches puis collés de part et d'autre d'une platine de montage cartonée, possédant une ouverture de 25 mm, correspondant à la longueur de référence. Le diamètre de chaque monofilament a été mesuré en 5 points différents à l'aide d'un microscope électronique à balayage Hitachi TM3030Plus. Les essais de traction ont été réalisés, à température ambiante et à une vitesse de déplacement de 1 mm min<sup>-1</sup>, sur une machine Instron 5942 équipée d'une cellule de force de 5 N. Pour les deux états considérés (ensimé et désensimé), 40 éprouvettes ont été testées. De plus, la complaisance du système, évaluée à 0,4326 mm N<sup>-1</sup>, a été déterminée en prenant en compte les variations de diamètre des fibres, suivant la méthode décrite par Li et Langley [10].

La rupture des fibres a été décrite à l'aide d'une distribution de Weibull à deux paramètres (Eq. 1) :

$$P_f = 1 - \exp\left(-\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right) \quad (\text{Eq. 1})$$

où  $P_f$  est la probabilité de rupture,  $\sigma$  la résistance mécanique en traction,  $m$  le module de Weibull et  $\sigma_0$  un facteur d'échelle. Les paramètres  $m$  et  $\sigma_0$  de cette distribution, basée sur la théorie du maillon le plus faible, ont été identifiés en utilisant la fonction du maximum de vraisemblance [11]. Aussi, afin d'évaluer l'écart entre les données expérimentales et la fonction de distribution théorique de Weibull, le test d'Anderson-Darling [12] a été appliqué. En effet, celui-ci permet de valider la description des

données expérimentales par la distribution théorique si  $A_n^2 \leq 0.5$  où  $A_n^2$  s'exprime comme (Eq. 2) :

$$A_n^2 = -n - \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (2i - 1) \ln(P_i) + (2N + 1 - 2i) \ln(1 - P_i) \quad (\text{Eq. 2})$$

avec  $n$  le nombre de monofilaments testés et  $P_i$  la probabilité de rupture de la  $i^{\text{ème}}$  valeur croissante de résistance mécanique.

#### 2.4. Observations au microscope électronique à balayage (MEB)

La surface des fibres de basalte, avant et après désensimage, a été observée au microscope électronique à balayage (Nova NanoSEM™ 450 opérant à 15 keV). Les faciès de rupture des fibres, après essais de traction sur monofilaments, ont également été observés.

#### 2.5. Fabrication et caractérisation de matériaux composites en fibres de basalte

Les propriétés mécaniques de matériaux composites unidirectionnels à matrice organique en fibres continues de basalte (ensimées et désensimées à 350 °C pendant 10 h) ont été évaluées par essais de traction sur éprouvettes. Ces éprouvettes plates normalisées [13] en forme d'haltères possèdent une section utile de 5 mm de large pour une épaisseur de 2,5 mm. La longueur de référence est de 25 mm. La fabrication de ces éprouvettes a été réalisée par moulage au contact. Pour chaque éprouvette, un lot de fibres (ensimées ou désensimées), contenant 130 mèches, a été imprégné avec la résine époxy. L'ensemble a ensuite été déposé dans un moule en téflon contenant les empreintes des éprouvettes de traction. Une première cuisson à 80 °C pendant 2 h a été réalisée afin de permettre le démoulage. Puis, un traitement de post-cuisson a été réalisé à 80 °C pendant 14 h afin de finaliser la consolidation de la matrice.

Pour chaque état de fibres, 5 éprouvettes de traction unidirectionnelles ont été testées, à température ambiante, sur une machine Instron 5800R équipée d'une cellule de force de 30 kN. La vitesse de déformation a été fixée à 1 % min<sup>-1</sup>. Les déformations ont été mesurées à l'aide d'un extensomètre possédant une longueur de référence de 25 mm.

Étant donné que les caractéristiques mécaniques des fibres (ensimées et désensimées) et de la matrice époxy sont connues, alors il est possible d'estimer celles du composite afin d'effectuer une comparaison entre les valeurs expérimentales et ces valeurs théoriques. Le module d'Young des éprouvettes unidirectionnelles a été estimé, dans le sens longitudinal, grâce à l'Eq. 3 :

$$E^c = E^f \cdot V_f + E^m \cdot (1 - V_f) \quad (\text{Eq. 3})$$

où  $E^c$  est le module d'Young du composite,  $E^f$  celui des fibres,  $E^m$  celui de la matrice et où  $V_f$  est le taux volumique de fibres. De même, la résistance mécanique en traction a été estimée suivant (Eq. 4) :

$$R_m^c = [E^f \cdot V_f + E^m \cdot (1 - V_f)] \cdot \frac{R_m^f}{E^f} \quad (\text{Eq. 4})$$

où  $R_m^c$  est la résistance mécanique en traction du composite et  $R_m^f$  celle des fibres.

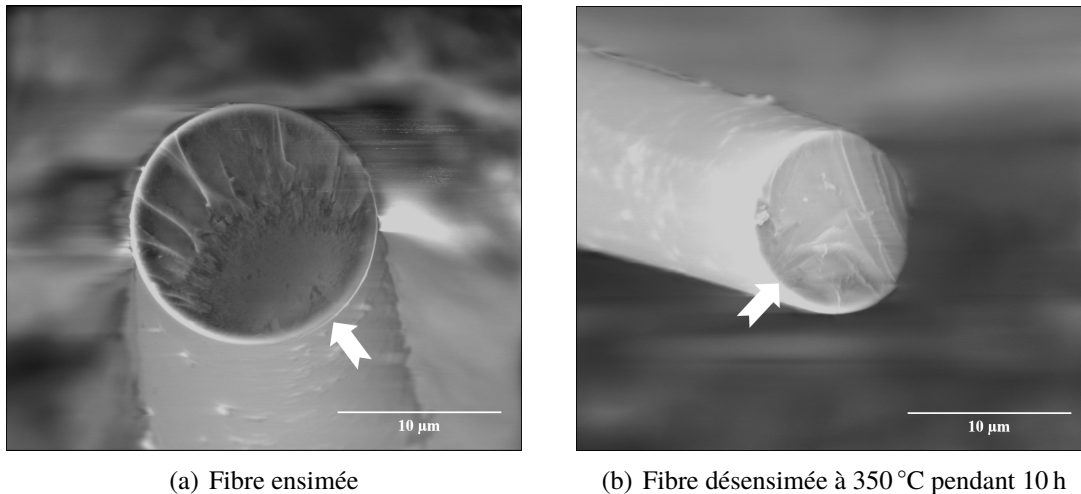
### 3. Résultats et Discussion

#### 3.1. Effets du désensimage sur les propriétés mécaniques de fibres de basalte

Les résultats des essais de traction sur les monofilaments de fibres de basalte, ensimées et désensimées, sont reportés dans Tab. 2. Pour les deux états de fibres, les courbes de traction montrent un comportement linéaire élastique sans déformation plastique avant rupture. Ce type de comportement

	<b>Fibres ensimées</b>	<b>Fibres désensimées à 350 °C pendant 10 h</b>
Diamètre ( $\mu\text{m}$ )	$11,65 \pm 0,62$	$11,89 \pm 0,44$
Résistance mécanique en traction (MPa)	$2125,87 \pm 181,18$	$1403,60 \pm 110,05$
Module d'Young (GPa)	$92,68 \pm 6,14$	$93,75 \pm 2,96$
Allongement à rupture (%)	$2,35 \pm 0,23$	$1,50 \pm 0,12$

Tab. 2. Diamètres et propriétés mécaniques en traction des fibres de basalte ensimées et désensimées



(a) Fibre ensimée

(b) Fibre désensimée à 350 °C pendant 10 h

Fig. 2. Observations MEB des faciès de rupture des fibres de basalte ensimées et désensimées - Les flèches indiquent l'origine de la rupture.

	<b>Fibres ensimées</b>	<b>Fibres désensimées à 350 °C pendant 10 h</b>
Module de Weibull $m$	3,99	4,32
Facteur d'échelle $\sigma_0$ (MPa)	2330,52	1534,75
Statistiques d'Anderson-Darling $A_n^2$	0,42	0,50

Tab. 3. Paramètres de Weibull et statistiques d'Anderson-Darling des fibres de basalte ensimées et désensimées

est caractéristique d'une rupture fragile. Autrement dit, le désensimage ne modifie pas le comportement de la fibre. Les faciès de rupture des fibres ont ensuite été observés au MEB (Fig. 2). Les trois régions caractéristiques d'une rupture fragile (*mirror* liée à l'origine de la rupture, *mist* et *hackle* correspondant à la rupture) peuvent être distinguées sur chaque faciès. L'origine de la rupture, indiquée par une flèche sur Fig. 2, est unique et est localisée à la surface des fibres.

Une diminution significative de 34% de la résistance mécanique en traction des fibres de basalte est constatée suite au traitement thermique de désensimage. Cependant, le module d'Young n'évolue pas entre les deux états.

La rupture des fibres a été décrite à l'aide d'une distribution de Weibull à deux paramètres (Fig. 3). L'identification de ces paramètres, validée par le test d'Anderson-Darling, est reportée dans Tab. 3. Le module de Weibull est similaire pour les deux états de fibres tandis que le facteur d'échelle présente les mêmes variations que celles précédemment décrites pour la résistance mécanique en traction. En considérant une distribution de Weibull à deux paramètres, il est supposé que la rupture des fibres est contrôlée par une seule population de défauts. De plus, le module de Weibull représente la dispersion des contraintes à rupture. En effet, un module élevé correspond à une faible dispersion des contraintes à rupture. Par conséquent, le traitement thermique de désensimage à 350 °C pendant 10 h permet de

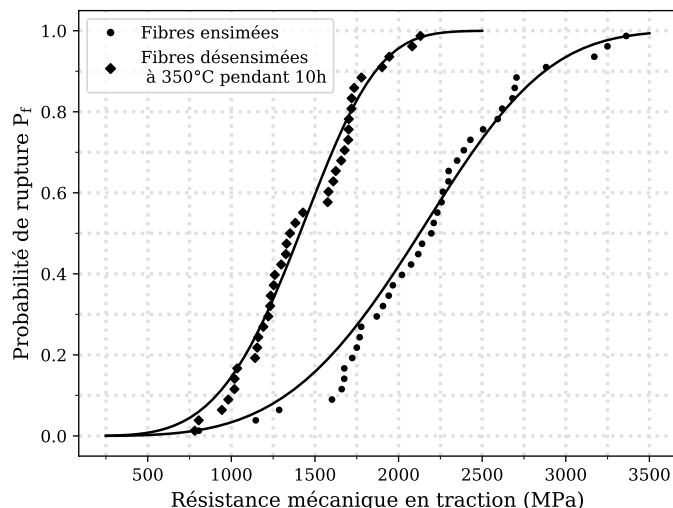


Fig. 3. Distribution de Weibull à deux paramètres (représentée par une ligne continue sur le graphe) des fibres de basalte ensimées et désensimées -  $P_f = (i-1/2)/n$  avec  $i$  la  $i^{\text{ème}}$  valeur croissante de résistance mécanique et  $n$  le nombre total d'éprouvettes

conserver la même population et la même dispersion de défauts des fibres.

Aussi, des essais complémentaires ont été réalisés afin de révéler une possible modification de la structure du basalte au cours du traitement thermique. D'un côté, des analyses de diffraction des rayons X ont montré que les deux états de fibres présentaient un même état amorphe sans pic de cristallisation. Cet état amorphe résulte de la trempe rapide des fibres en sortie de filière. D'un autre côté, des analyses thermodifférentielles ont permis de calculer la température fictive des fibres. Aucune différence significative n'a été observée entre les deux états. Ainsi, la structure du basalte ne semble pas être modifiée au cours du traitement thermique de désensimage. En conséquence, la diminution de la résistance mécanique en traction, suite au désensimage, est uniquement liée à l'élimination de la couche de revêtement organique à la surface des fibres.

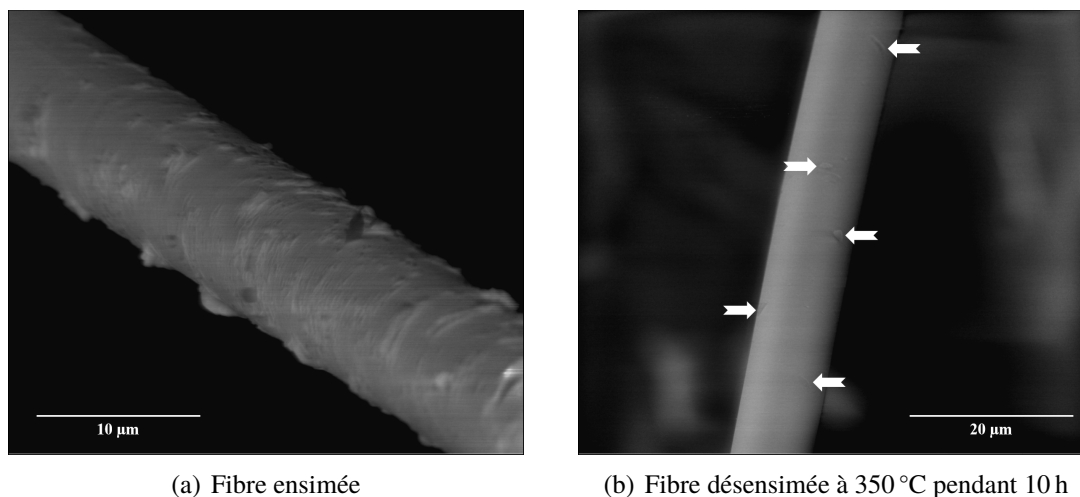
La surface des fibres a été observée au MEB avant et après désensimage (Fig. 4). Pour le cas ensimé (Fig. 4(a)), il est observé que la couche d'ensimage est répartie de manière non uniforme à la surface des fibres. Cela provient d'une part, du procédé d'ensimage, et d'autre part, du fait que les monofilaments observés ont été séparés du reste de la mèche. Sur les fibres désensimées (Fig. 4(b)), cette couche organique a bien disparu et des défauts à la surface des fibres peuvent être observés.

L'ensimage joue un rôle de couche de protection au niveau des défauts de surface [14]. En effet, il permet de les combler en augmentant le rayon de courbure en pointe de défaut, retardant ainsi la propagation de fissure conduisant à la rupture de la fibre. Ainsi, sans cette couche de protection, les défauts surfaciques sont plus critiques, ce qui fragilise la fibre et diminue, de ce fait, la résistance mécanique en traction.

### 3.2. Propriétés mécaniques de matériaux composites en fibres de basalte

Les propriétés mécaniques en traction de matériaux composites à matrice organique en fibres de basalte ensimées et désensimées à 350 °C pendant 10 h sont reportées dans Tab. 4.

Le module d'Young ainsi que la résistance mécanique en traction des composites ont été estimés grâce à Eq. 3 et Eq. 4 pour les deux états considérés. Une comparaison entre les valeurs théoriques et expérimentales est proposée en Fig. 5. Pour les deux états de fibres, la valeur du module d'Young, mesurée sur les éprouvettes unidirectionnelles, est inférieure à la valeur théorique (Fig. 5(a)). Cet



(a) Fibre ensimée

(b) Fibre désensimée à 350 °C pendant 10 h

Fig. 4. Observations MEB des surfaces des fibres de basalte ensimées et désensimées - Les flèches indiquent des défauts à la surface des fibres.

	<b>Fibres ensimées</b>	<b>Fibres désensimées à 350 °C pendant 10 h</b>
Taux volumique de fibres (%vol.)	32,6 ± 2,7	35,8 ± 1,1
Résistance mécanique en traction (MPa)	744,41 ± 33,25	604,14 ± 30,64
Module d'Young (GPa)	29,00 ± 2,27	31,17 ± 1,50

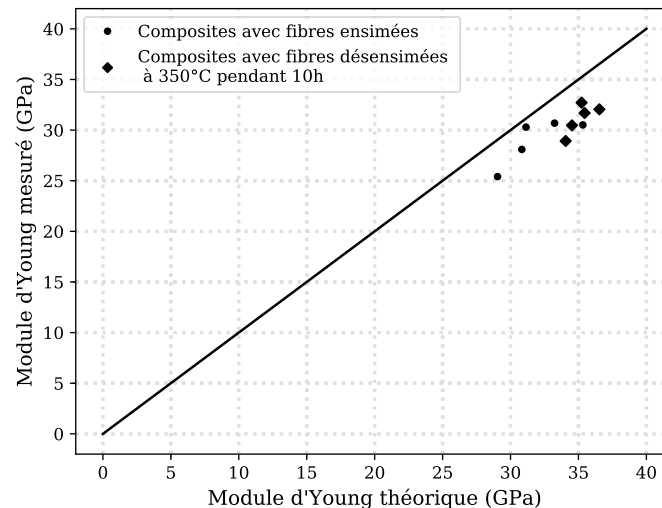
Tab. 4. Taux volumique de fibres et propriétés mécaniques en traction de matériaux composites en fibres de basalte ensimées et désensimées

écart provient du désalignement de certaines fibres par rapport à la direction longitudinale lors de la fabrication des éprouvettes. En ce qui concerne la résistance mécanique en traction (Fig. 5(b)), les valeurs expérimentales sont comparables aux valeurs théoriques.

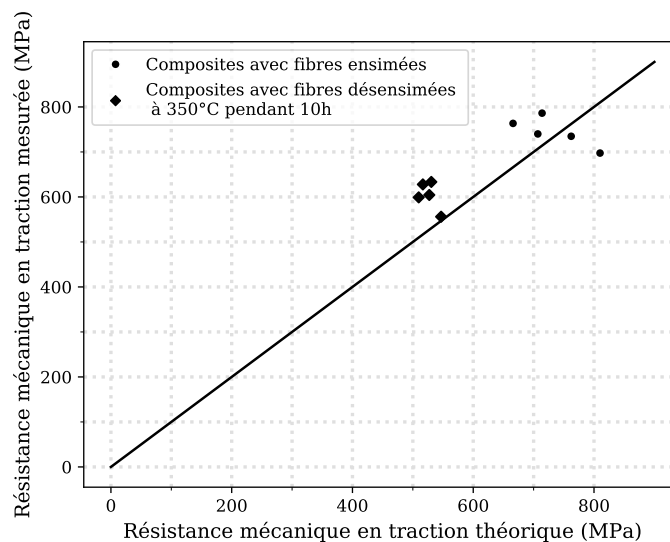
Les résultats obtenus sur les matériaux composites en fibres de basalte ensimées et désensimées peuvent être comparés à l'aide de la Fig. 6. Une faible différence de module peut être constatée entre les composites avec fibres ensimées et ceux avec fibres désensimées. Toutefois, celle-ci s'explique par le fait que les deux populations ne possèdent pas exactement le même taux volumique de fibres (Tab 4). Au regard de cet argument, le module d'Young des composites avec fibres ensimées reste tout de même comparable à celui des composites avec fibres désensimées. Cependant, une différence significative entre les deux populations peut être constatée au niveau de la résistance mécanique en traction. En effet, cette dernière diminue de 19% entre le cas ensimé et le cas désensimé. Ainsi, la diminution de résistance mécanique observée sur les monofilaments, suite au traitement thermique de désensimage, se retrouve au niveau du composite. Le rôle « protecteur », qu'avait l'ensimage au niveau des défauts surfaciques des fibres, n'a pas été totalement repris par la matrice organique. Autrement dit, la criticité de ces défauts persiste au niveau du composite.

#### 4. Conclusion

Cette étude s'est intéressée aux effets du désensimage par traitement thermique sur les propriétés mécaniques de fibres de basalte. Le traitement thermique, considéré dans ces travaux, a été réalisé à 350 °C pendant 10 h et a permis d'obtenir un désensimage complet des fibres. Tout d'abord, des essais de traction sur monofilaments ont été menés. Un comportement fragile est observé pour les deux états de fibres. Aussi, les défauts présents à la surface des fibres sont à l'origine de la rupture. Suite au désensimage, une diminution de 34% de la résistance mécanique en traction est constatée tandis que le module d'Young est conservé. Une analyse de Weibull a montré qu'entre les deux états



(a)



(b)

Fig. 5. Comparaison des valeurs expérimentales et théoriques du module d'Young et de la résistance mécanique en traction de composites en fibres de basalte ensimées et désensimées

de fibres, la population de défauts, ainsi que sa dispersion, étaient identiques. De plus, des essais complémentaires (ATD et DRX) ont confirmé que la structure du basalte n'avait pas été modifiée au cours du traitement thermique. Par conséquent, la diminution de résistance mécanique est uniquement attribuée à l'élimination de la couche d'ensimage. Celle-ci jouait un rôle « protecteur » au niveau des défauts superficiels et avait pour conséquence de réduire la criticité de ces défauts quant à la rupture. Ensuite, des essais de traction sur éprouvettes en composites unidirectionnels (fibres de basalte ensimées ou désensimées avec une matrice époxy) ont été réalisés. Les mêmes variations de propriétés mécaniques, que celles observées au niveau des monofilaments, ont été constatées dans ce cas : diminution de 19% de la résistance mécanique entre le cas ensimé et le cas désensimé et conservation du module d'Young. Ainsi, la matrice n'a pas remplacé en totalité le rôle « protecteur » de l'ensimage au niveau des défauts superficiels des fibres lors de la mise en œuvre du composite.



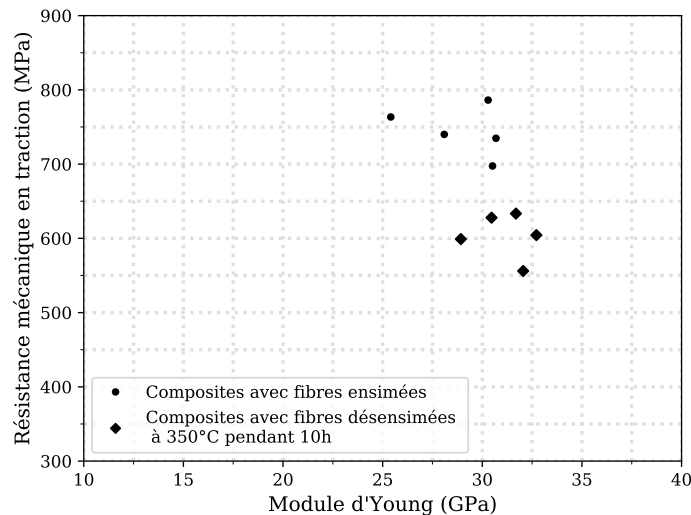


Fig. 6. Comparaison des propriétés mécaniques en traction de composites en fibres de basalte ensimées et désensimées

## Remerciements

Ces travaux ont été financés par la région Occitanie et par l'Institut Carnot M.I.N.E.S (ANR). Les auteurs tiennent également à remercier la société Isomatex S.A. pour avoir gracieusement fourni les fibres de basalte considérées dans cette étude.

## Références

- [1] V. Fiore, T. Scalici, G. D. Bella, A. Valenza « A review on basalt fibre and its composites », *Composites Part B : Engineering* Vol. 74, pp. 74–94, 2015.
- [2] J. Thomason, *Glass fibre sizings - A review of the scientific literature*, 2012.
- [3] C. Mayer, M. Neitzel « Influence of the sizing interphase on the static and dynamic behavior of advanced thermoplastic composites », in : *Proceedings of ICCM-11, Gold Coast, Australia*, , pp. 681–690, 1997.
- [4] J. Militký, V. Kovačič, J. Rubnerová « Influence of thermal treatment on tensile failure of basalt fibers », *Engineering Fracture Mechanics* Vol. 69 n° 9, pp. 1025 – 1033, 2002.
- [5] S. Sabet, F. Akhlaghi, R. Eslami-Farsani « The effect of thermal treatment on tensile properties of basalt fibers », *J. Ceram. Sci. Tech* Vol. 6, pp. 245–248, 2015.
- [6] T. Bhat, D. Fortomaris, E. Kandare, A. P. Mouritz « Properties of thermally recycled basalt fibres and basalt fibre composites », *Journal of Materials Science* Vol. 53 n° 3, pp. 1933–1944, 2018.
- [7] F. Sarasini, J. Tirillò, M. C. Seghini « Influence of thermal conditioning on tensile behaviour of single basalt fibres », *Composites Part B : Engineering* Vol. 132, pp. 77–86, 2018.
- [8] Isomatex S.A., *Product information and technical data sheet*, 2019.
- [9] *Fibres de carbone - Détermination des propriétés en traction sur éprouvette monofilament*, ISO 11566, AFNOR, 1997.
- [10] C.-T. Li, N. R. Langley « Improvement in fiber testing of high-modulus single-filament materials », *Journal of the American Ceramic Society* Vol. 68 n° 8, pp. 202–204, 1985.
- [11] ASTM C1239-13(2018), *Standard Practice for Reporting Uniaxial Strength Data and Estimating Weibull Distribution Parameters for Advanced Ceramics*, ASTM International, 2018.
- [12] T. W. Anderson, D. A. Darling « Asymptotic Theory of Certain "Goodness of Fit" Criteria Based on Stochastic Processes », *The Annals of Mathematical Statistics* Vol. 23 n° 2, pp. 193–212, 1952.
- [13] *Plastiques - Détermination des propriétés en traction - Partie 2 : conditions d'essai des plastiques pour moulage et extrusion*, NF EN ISO 527-2, AFNOR, 2012.
- [14] P. Zinck, M. F. Pay, R. Rezakhanlou, J. F. Gerard « Mechanical characterisation of glass fibres as an indirect analysis of the effect of surface treatment », *Journal of Materials Science* Vol. 34 n° 9, pp. 2121–2133, 1999.