HAL
open science

Analyse multi échelle des mécanismes d'endommagement de composites chanvre/époxy à renforts tissés. Caractérisation de l'interface fibre/matrice.

Claire Bonnafous

▶ **To cite this version:**

Claire Bonnafous. Analyse multi échelle des mécanismes d'endommagement de composites chanvre/époxy à renforts tissés. Caractérisation de l'interface fibre/matrice.. Sciences de l'ingénieur [physics]. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechique - Poitiers, 2010. Français. NNT : . tel-00554403

HAL Id: tel-00554403

https://theses.hal.science/tel-00554403

Submitted on 10 Jan 2011

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.

THESE

Pour l'obtention du Grade de

DOCTEUR DE L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE MECANIQUE ET D'AEROTECHNIQUE

(Diplôme National - Arrêté du 7 août 2006)

Ecole Doctorale : Sciences et Ingénierie en Matériaux, Mécanique, Energétique et Aéronautique
Secteur de recherche: Mécanique des solides, des matériaux, des structures et des surfaces

Présentée par:

Claire BONNAFOUS

****

Analyse multi échelle des mécanismes d'endommagement de composites chanvre/époxy à renforts tissés. Caractérisation de l'interface fibre/matrice.

****

Directeurs de Thèse: Fabienne TOUCHARD et Laurence CHOCINSKI

****

Soutenue le 03 Décembre 2010

devant la Commission d'Examen

JURY:

M. Christophe BALEY	Professeur, Université de Bretagne Sud, Lorient	Président
M. Jean-François CARON	Directeur de recherche, ENPC, Marne La Vallée	Rapporteur
M. Pierre VACHER	Professeur, Université de Savoie, Annecy	Rapporteur
Mme Claire BARRES	Maître de Conférences, INSA, Lyon	Examinatrice
Mme Laurence CHOCINSKI	Maître de Conférences, ENSMA, Chasseneuil	Examinatrice
Mme Fabienne TOUCHARD	Chargée de recherche, (HDR), ENSMA, Chasseneuil	Examinatrice

Composition du jury complet

La composition du jury est la suivante :

- Monsieur Christophe Baley, Professeur à l'Université de Bretagne Sud (UBS), Lorient ;
- Monsieur Jean-François Caron, Directeur de recherche à l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Marne La Vallée ;
- Monsieur Pierre Vacher, Professeur à l'Université de Savoie, Annecy ;
- Madame Claire Barrès, Maître de Conférences à l'Institut National des Sciences Appliquées, Lyon ;
- Madame Fabienne Touchard, Chargée de recherche (HDR) à l'ENSMA, Chasseneuil ;
- Madame Laurence Chocinski, Maître de Conférences à l'ENSMA, Chasseneuil.

Invité :

- Monsieur Cédric Dever, Ingénieur de Recherche VALAGRO, Poitiers.

REMERCIEMENTS

Ce travail de recherche a été effectué au sein du département de Physique et Mécanique des Matériaux de l'Institut Pprime (ex LMPM : Laboratoire de Mécanique et Physique des Matériaux). De ce fait, je tiens à remercier Monsieur Jean-Claude Grandidier directeur actuel de la branche mécanique, Madame Marie-Christine Lafarie-Frenot et Monsieur José Mendez, anciens directeurs du laboratoire, pour m'avoir permis de réaliser ce travail.

Je tiens à remercier vivement les membres de mon jury qui m'ont fait l'honneur d'examiner ce manuscrit. J'adresse donc mes plus vifs remerciements à Monsieur Christophe Baley, Professeur à l'Université de Bretagne Sud pour avoir accepté la présidence de mon jury ainsi qu'à Monsieur Pierre Vacher, professeur à l'Université de Savoie et Monsieur Jean-François Caron, directeur de recherche à l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées pour l'examen de ce travail. Enfin je remercie Madame Claire Barrès, maître de conférences à l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon ainsi que Monsieur Cédric Dever, Ingénieur de recherche Agromatériaux pour avoir accepté de participer à ce jury.

Ce travail s'insère dans le cadre d'un programme collaboratif de recherche, le projet Compochanvre ainsi je remercie l'ensemble des partenaires de ce projet. Monsieur Rémi Lemoine, Madame Fabienne Dédaldéchamp et Mademoiselle Audrey Abot et Mesdames Annette Roy et Gaëlle Alise pour leurs participations aux discussions scientifiques. Et, je remercie également Messieurs Cédric Dever et Eric Leroy pour leurs soutiens aux développements scientifiques.

J'adresse mes remerciements à mes deux encadrantes Fabienne Touchard et Laurence Chocinski pour leur disponibilité et leur encadrement scientifique. Je remercie vivement Fabienne Touchard, directrice de cette thèse, qui a su me laisser les libertés scientifiques dont j'avais besoin pour parfaire mon apprentissage de la recherche. Je remercie chaleureusement Laurence Chocinski, co encadrante de cette thèse pour son aide et ses encouragements.

Par ailleurs, cette thèse s'est appuyée sur bon nombre d'expériences et d'expertises ainsi que sur la qualité des échanges techniques et scientifiques au sein du laboratoire.
Je tiens tout d'abord à remercier Monsieur Jean Brillaud pour l'expertise qu'il m'a apportée. Je remercie le personnel technique, les ingénieurs d'étude et de recherche qui m'ont aidé et soutenu : merci à l'atelier, tout particulièrement Laurent et Richard pour l'usinage parfois périlleux des éprouvettes très spécifiques, merci à Denis et Jacques, pour les solutions techniques, merci à David, Anne-Laure, Fabien, Mikaël, Guillaume et Gérald pour leurs disponibilités et leurs aides.

Je remercie l'ensemble du corps enseignant du LMPM et en particulier, merci à Catherine Gardin, Jonathan Cormier et Xavier Milhet pour m'avoir accordé leur confiance lors de mes débuts en tant que monitrice d'enseignement. Et je tiens également à remercier Marie Christine Lafarie-Frenot, Jean-Claude Grandidier, Carole Nadot et Damien Halm pour leurs conseils avisés et leurs soutiens pour la suite.
Enfin cet environnement favorable est également porté par l'accueil très chaleureux que m'ont réservé Brigitte, Elianne et Francine durant ces trois années et je les en remercie.

Ces remerciements seront l'occasion pour moi de saluer la bonne ambiance qui règne entre les doctorants et qui favorise la cohésion du groupe autour de l'ATEM au sein de laquelle j'ai eu plaisir à m'investir. Plus particulièrement, je tiens à remercier mon bureau actuel, Gaëlle, Tung et Julien pour l'ambiance conviviale et sympathique qu'ils savent assurer. Et surtout, je tiens à remercier profondément Jean-Charles, François et Huy mes anciens colloc' de bureau qui ont su m'aider, m'encourager et me supporter. De ces trois années ressortent des moments inoubliables et surtout des amis.

Enfin, je ne peux terminer sans remercier Aurélien, soutien sans limite, qui a incontestablement participé à mon équilibre et à la réussite de cette thèse.

Pour finir, je remercie ma famille et mes amis…

Ces trois années ont été pour moi l'occasion de parfaire l'apprentissage de la recherche en évoluant au sein d'une équipe d'enseignants et de chercheurs passionnés. En m'appuyant sur leurs expertises, j'ai forgé mon expérience et ancré ma passion pour un travail où le maître mot est l'évolution et le mouvement comme le disait si bien Aristote « La science consiste à passer d'un étonnement à un autre ». Et j'attends avec impatience de relever le défi posé par un futur étonnement…

Tables des matières

INTRODUCTION *- 7 -*

1. PARTIE 1 : Etat de l'art *- 13 -*

Chapitre I. Les Composites à fibres naturelles - 15 -

Chapitre II. Caractérisation de l'endommagement dans les composites tissés - 25 -

Chapitre III. Caractérisation de l'interface fibre/matrice dans les composites à fibres naturelles. - 37 -

Bilan sur l'état de l'art - 50 -

2. PARTIE 2 : Techniques utilisées et microstructure des matériaux étudiés *- 51 -*

Chapitre I. Techniques et instrumentations utilisées - 53 -

Chapitre II. Description de la microstructure des matériaux étudiés et optimisation de la mise en forme des composites. - 83 -

Bilan sur les techniques utilisées et les matériaux étudiés. - 103 -

3. PARTIE 3 : Comportement mécanique à différentes échelles et endommagement *- 105 -*

Chapitre I. Comportement mécanique des composites chanvre/époxy à différentes échelles -Comparaison avec des composites à fibres de lin et de verre - 107 -

Chapitre II. Mécanismes d'endommagement des composites étudiés - 153 -

Bilan sur le comportement mécanique et les mécanismes d'endommagement - 181 -

4. PARTIE 4 : Optimisation de l'interface fibre/matrice des composites chanvre/époxy - 183 -

Chapitre I. Evaluation des propriétés interfaciales des composites - 185 -

Chapitre II. Optimisation de l'interface fibre/matrice des composites - 221 -

Bilan sur la caractérisation et l'optimisation de l'interface fibre/matrice dans les composites chanvre/époxy. - 235 -

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES - 237 -

Références - 243 -

Annexes - 255 -

Annexe I . Reconstruction des faciès de rupture des composites - 256 -

Annexe II . Essai en tomographie - 257 -

Annexe III . Analyses statistiques - 258 -

Annexe IV . Propriétés mécaniques des composites étudiés - 264 -

Annexe V. Cartographies des champs de déformation. - 265 -

INTRODUCTION

I.1. Contexte industriel

Depuis quelques années, l'usage des matériaux composites dans les industries du Transport connaît un essor considérable. En 2002, dans plus de 95% des composites, les fibres de verre sont utilisées en tant que renfort [1].

Dans un contexte actuel de plus en plus axé sur la prise en compte des impacts environnementaux, le problème du recyclage s'est rapidement posé pour les composites renforcés par ces fibres synthétiques et a favorisé l'émergence des fibres naturelles.

En effet, les fibres naturelles peuvent constituer une alternative intéressante aux fibres de verre, notamment grâce à leur plus grande recyclabilité. Contrairement aux fibres de verre, les fibres naturelles peuvent être incinérées en fin de vie, on parle de bilan neutre face aux émissions de CO_2 dans l'atmosphère car leur combustion produit une quantité de dioxyde de carbone égale à celle que la plante a absorbé pendant sa croissance [2]. Par ailleurs, Joshi et al. [3] ont montré dans leurs travaux que l'impact environnemental de la production de fibres naturelles est moins sévère que celui des fibres de verre. En effet, la culture des fibres naturelles se base principalement sur l'énergie solaire. La production et l'extraction des fibres utilisent peu d'énergie fossile. Par exemple, le chanvre peut être cultivé grâce à de très faibles quantités d'engrais et quasiment aucun pesticide et pousse dans toutes les conditions. De plus, c'est une plante annuelle et renouvelable par culture ce qui renforce sa disponibilité. Au contraire, la production des fibres de verre, obtenues à partir de silice et d'additifs, dépend en grande partie de l'énergie fossile. Ainsi, ces travaux ont montré que la production de fibres de verre conduit à l'utilisation de 5 à 10 fois plus d'énergie non renouvelable [3]. Les résultats présentés par AFT Plasturgie confirment ces données en comparant la consommation énergétique dédiée à la production d'un kilogramme de fibres de chanvre ou de verre. Cette étude établit une consommation énergétique de 3,4 MJ et une émission de 1,2g de sulfates et de 0,95g de nitrates pour un kilogramme de fibres de chanvre contre 48,3 MJ et une émission de 8,8g de sulfates et de 2,9g de nitrates pour la même masse de fibres de verre [4]. Par ailleurs, les voies industrielles de valorisation des matériaux naturels sont nombreuses. Par exemple, l'industrie du chanvre peut être très diverse avec de nombreux produits dérivés. Ainsi, 55% de la paille sera transformée en chènevotte et 10 à 15 % en poussières. Enfin, 30% de la paille sera utilisée sous forme de fibres avec 22 % pour les fibres techniques, 4% pour les fibres courtes et 3% pour les fibres très courtes [5].

Dans ce contexte particulièrement soucieux de l'impact environnemental, les fibres naturelles sont de plus en plus considérées comme de potentielles remplaçantes des fibres synthétiques. Les applications de renforcement utilisent principalement des fibres ayant une fonction structurelle dans la nature, ainsi les fibres végétales et plus particulièrement les fibres libériennes qui proviennent de tiges de plantes (lin, chanvre, jute, ramie) constituent de potentiels renforts de matériaux composites à matrices thermodures ou thermoplastiques [3]. L'utilisation de ces fibres naturelles repose notamment sur le fait qu'elles possèdent une faible densité et que leurs modules d'Young spécifiques

concurrencent ceux des fibres de verre [2]. De plus, les fibres naturelles se travaillent très facilement avec les technologies du textile (tissages) qui constituent une réponse compétitive aux sollicitations croisées. En effet, bien que très peu d'études concernent les composites à renforts tissus, ils permettent de réduire les coûts de production et présentent l'avantage d'une conformation aux structures avancées associée à une facilité de drapage [6]. Plus particulièrement, Wambua et al. [2] ont montré que les caractéristiques mécaniques (modules et contraintes maximales en traction et en flexion) des composites chanvre/polypropylène sont supérieures à celles de composites renforcés avec d'autres fibres naturelles telles que le kenaf, le coco, le sisal ou le jute.

Cependant, il subsiste de nombreux verrous techniques à l'utilisation des fibres végètales en tant que renfort dans les composites. Par exemple, les fibres naturelles ne sont pas fabriquées par un processus industriel, la quantité de fibres produites dépend de l'environnement et la reproductibilité de leurs caractéristiques physiques et mécaniques ne peut pas être parfaitement maîtrisée. Par ailleurs, le problème de la compatibilité entre la matrice hydrophobe et les fibres hydrophiles peut conduire à une interface fibre/matrice faible.

I.2. Le Projet Compochanvre

Pour pouvoir progresser dans la connaissance de ces nouveaux matériaux, un projet régional baptisé « Compochanvre » a été mené de 2007 à 2010. Ce projet concernait le développement et l'optimisation de composites à fibres longues de chanvre et à matrices thermodures en lien avec les paramètres microstructuraux de la plante. Il a été financé par la région Poitou-Charentes suite au lancement d'un programme de réintroduction de ces cultures qui a débuté dès 2005. Ce projet a regroupé plusieurs acteurs qui sont présentés dans le Tableau 1.

Acteurs de recherche		**Acteurs de développement**		**Collaborateurs du projet**
Laboratoire	**Etablissement**	**Structure**	**Localication**	
Institut Pprime (ex LMPM) Département physique et mécanique des matériaux	ENSMA Poitiers	Valagro Centre de recherche et développement pour la valorisation des agroressources	Poitiers	Pôle Eco Industries
				Tisserands Lin et L'Autre
PhyMoTs Laboratoire de physiologie moléculaire du transport des sucres chez les végétaux	Université de Poitiers	Critt Matériaux Centre régional pour l'innovation et le transfert de technologie	Rochefort	Coopératives Agricoles

Tableau 1. Liste des partenaires du projet « Compochanvre ».

Ce projet pluridisciplinaire a intègré les différentes étapes de l'utilisation des fibres, depuis les techniques culturales du chanvre, jusqu'à la caractérisation des propriétés physiques et mécaniques de ces fibres et des composites. Il s'est articulé autour de deux axes majeurs :

- L'axe « biologie végétale » a eu pour but d'étudier l'ultrastructure et la composition des fibres par différentes techniques de microscopie. Le matériel végétal utilisé a été prélevé dans des exploitations de la région ou a été cultivé en serres.
- L'axe « mécanique » a eu pour objectif de caractériser à la fois d'un point de vue microstructural et mécanique les matériaux composites chanvre/époxy. A chacune des étapes de ce travail, une comparaison systématique avec des fibres synthétiques (fibre de verre) a été réalisée pour permettre de mieux cerner la faisabilité du projet. De plus, une comparaison avec les fibres de lin, historiquement plus développées dans la moitié Nord de la France, a également été effectuée.

Le lien entre ces deux axes a été construit autour de la caractérisation des variations des propriétés mécaniques des fibres en fonction de différents paramètres culturaux afin de fournir les fibres les plus adaptées à leur utilisation dans les matériaux composites. Notamment, différents critères ont été testés tels que la variété de chanvre, les conditions de cultures ou encore la zone de prélèvement dans la plante.

I.3. Objectifs et démarche

Ces travaux de doctorat ont été réalisés dans le cadre du Projet « Compochanvre » et contribuent à répondre aux objectifs de l'axe mécanique et de l'axe commun énoncés précédemment. Dans le cadre de ce travail, nous avons cherché à caractériser les composites tissés à fibres longues de chanvre. Trois thèmes majeurs sont abordés : les caractérisations microstucturales et mécaniques de chacune des différentes échelles qui composent les composites à renfort tissu de chanvre, de lin et de verre, puis l'analyse des mécanismes d'initiation et de développement des endommagements dans les composites verre/époxy, lin/époxy et chanvre/époxy et enfin la caractérisation de l'interface fibre/matrice des composites chanvre/époxy.

Dans la première partie de ce manuscrit, un état de l'art sur les différentes thématiques abordées est proposé. Cette partie permet d'introduire les matériaux naturels, leurs caractéristiques microstructurales et mécaniques puis de préciser les méthodes de caractérisation de l'endommagement des composites. Les travaux relatifs à la caractérisation et l'optimisation de l'interface fibre/matrice dans les composites à fibres végétales sont également discutés.

Dans la seconde partie de ce manuscrit, l'ensemble des techniques et des instrumentations utilisées sont décrites et la microstructure de chaque échelle des composites étudiés est présentée. Les structures des fibres et des fils de verre, de lin et de chanvre ont notamment été comparées. Les tests effectués ont permis de valider et d'optimiser la technique de mise en forme des composites étudiés.

La troisième partie de ce manuscrit est consacrée à l'étude du comportement mécanique des composites à matrice époxy et à renforts tissus de verre, de lin et de chanvre. Le comportement mécanique de chaque échelle de la microstructure est étudié et notamment, des analyses statistiques sont mises en place pour évaluer les propriétés mécaniques des faisceaux de fibres de chanvre et quantifier leurs variabilités. Les réponses des composites $[0/90]_7$ et $[-45/+45]_7$ chanvre/époxy, lin/époxy et verre/époxy face à l'initiation et au développement des mécanismes d'endommagement sont étudiées grâce à la technique d'émission acoustique couplée à des observations microstructurales et au suivi de la perte de rigidité.

Enfin, la dernière partie de ce manuscrit s'intéresse à la caractérisation de l'interface fibre/matrice dans les composites chanvre/époxy et aux voies d'optimisation de celle-ci. Pour cela, des tests de fragmentation et des mesures par corrélation d'images numériques réalisées sur des éprouvettes spécifiquement développées sont associés à des simulations numériques.

PARTIE 1 : ETAT DE L'ART

Cette partie a pour but de présenter l'état de l'art dans le domaine des composites à fibres naturelles. Plus précisément, les caractéristiques microstructurales et mécaniques des matériaux seront présentées. Les méthodes de caractérisation de l'endommagement seront introduites. Enfin, les travaux traitant de la caractérisation et de l'optimisation de l'interface fibre/matrice dans les composites à fibres végétales seront discutés.

Chapitre I. Les Composites à fibres naturelles - 15 -

I.1. Structure et comportement des renforts ..... - 15 -

I.1.1 Composition pariétale des fibres de chanvre et de lin ..... - 15 -

I.1.2 Processus d'extraction des fibres et filage des fils ..... - 17 -

I.1.3 Structure et composition des fils ..... - 18 -

I.1.4 Comportement et propriétés mécaniques des renforts ..... - 19 -

I.2. Intérêt et propriétés mécaniques des composites tissés à fibres naturelles ..... - 22 -

Chapitre II. Caractérisation de l'endommagement dans les composites tissés - 25 -

II.1. Généralités sur les composites à renfort tissés et leurs endommagements. ..... - 25 -

II.1.1 Généralités et notations sur les composites à renforts tissés ..... - 25 -

II.1.2 Généralités sur l'endommagement des composites tissés ..... - 27 -

II.2. La technique d'émission acoustique ..... - 28 -

II.2.1 Principe ..... - 28 -

II.2.2 Identification des mécanismes d'endommagement ..... - 30 -

II.2.3 Quantification du développement des endommagements ..... - 32 -

II.3. Suivi de la perte de rigidité ..... - 33 -

II.4. Méthodes d'analyse de champ par corrélations d'images numériques ..... - 34 -

II.4.1 Principe ..... - 34 -

II.4.2 Applications ..... - 35 -

Chapitre III. Caractérisation de l'interface fibre/matrice dans les composites à fibres naturelles. - 37 -

III.1. L'interface dans les composites à fibres végétales ..... - 37 -

III.2. Méthodes de caractérisation de l'interface ..... - 38 -

III.2.1 Le Test de Fragmentation ..... - 39 -

III.2.2 Applications diverses ..... - 42 -

III.3. Modèles numériques du phénomène de fragmentation ..... - 43 -

III.4. Optimisation de l'interface fibre/matrice par traitements chimiques des fibres naturelles.. - 46 -

III.4.1 Influence du traitement alcalin sur la composition chimique et la morphologie des renforts fibres naturelles ..... - 47 -

III.4.2 Influence du traitement alcalin sur les propriétés mécaniques des fibres et des composites à renforts fibres naturelles ..... - 48 -

Chapitre I. Les Composites à fibres naturelles

I.1. Structure et comportement des renforts

I.1.1 Composition pariétale des fibres de chanvre et de lin

Les fibres naturelles sont situées dans le phloème parenchymeux, entre le bois (central) et l'écorce (en périphérie) de la tige de la plante [7]. Lorsqu'elles sont extraites de tiges de plantes telles que le lin, le chanvre, la ramie ou le jute, on parle de fibres libériennes [8]. La croissance en épaisseur ou croissance secondaire des tiges est assurée par le cambium générant des tissus secondaires : le xylème secondaire (ou bois) vers l'intérieur et le phloème secondaire vers l'extérieur de la tige [5]. L'architecture des fibres de chanvre et de lin se décompose en trois couches principales: la paroi primaire, la paroi secondaire et le lumen (Figure 1.1).

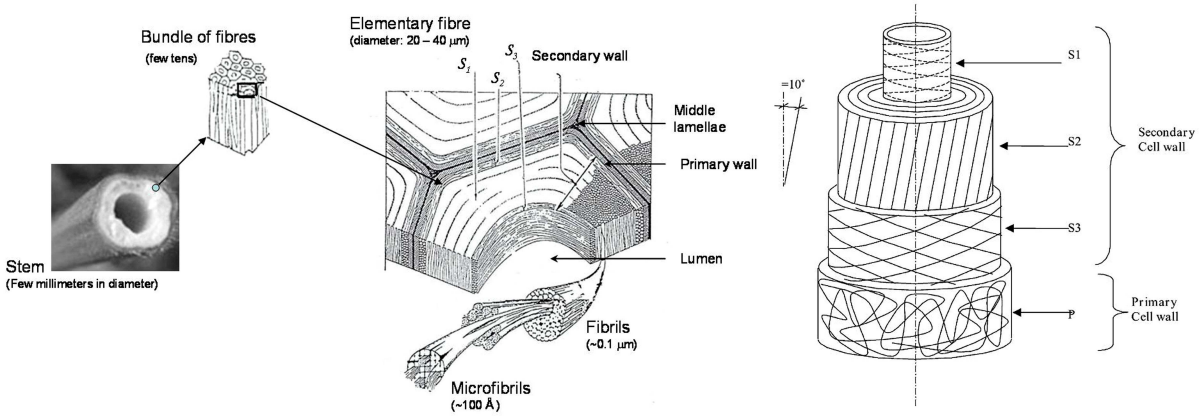


Figure 1.1: Illustration schématique de la composition pariétale et de la structure des fibres naturelles [9-10].

Après la mort cellulaire, le lumen correspond à l'espace vide au centre de la cellule, occupé par le cytoplasme durant sa vie. La paroi primaire est constituée d'une structure fibrillaire de cellulose enrobée dans une matrice pectique et hémi-cellulosique [5]. La paroi secondaire est la composante majoritaire des fibres, elles se compose de trois sous couches pariétales S1, S2 et S3 [5,9]. La lamelle

moyenne assure la cohésion intercellulaire. La présence de lignine contribue à renforcer cette cohésion [5], les fibres se présentent alors sous forme d'amas ou faisceaux de fibres (Figure 1.1). A maturité, les fibres de chanvre et de lin possèdent une armature en hélice de fibrilles de cellulose enrobées par une matrice amorphe pectine-lignine-hemicellulose [11] et présentent des sections droites polygonales [9, 12]. Elles sont caractérisées par leur composition chimique, le rapport l/ϕ, rapport de la longueur sur le diamètre des fibres, ainsi que par l'orientation des microfibrilles de cellulose qui les constituent. L'orientation de ces microfibrilles de cellulose par rapport à l'axe de la cellule définit l'angle microfibrillaire. Les paramètres qui caractérisent les fibres de chanvre et de lin ont été étudiés dans de nombreux travaux qui témoignent de variations importantes sur chaque type de fibre. Le Tableau 1.1 regroupe des exemples provenant de plusieurs études.

Fibre de chanvre			**Fibre de lin**		
Composants (%)		**Références**	**Composants (%)**		**Références**
Cellulose	64- 68,1	[13]	Cellulose	64,1	[13]
				64,1-67	[9]
Hémicellulose	15,1	[13]	Hémicellulose	12	[13]
	15	[14]			
	18,42	[15]		11-13,7-16,7	[9]
	10,66	[16]			
Pectine	6	[14]	Pectine	1,8	[9]
	6,17	[15]			
Lignine	10,6	[13]	Lignine	2	[13]
	4	[14]			
	6,77	[15]		2-2,9	[9]
	6,61	[16]			
Grandeurs microstructurales					
Angle microfibrillaire (°)	6,2	[17]	Angle microfibrillaire (°)	10	[17]
Rapport l/ϕ	549	[18]	Rapport l/ϕ	1650	[19]

Tableau 1.1. Composition chimique et microstructure des fibres de chanvre et de lin.

La structure hiérarchique des fibres naturelles a été étudiée dans les travaux de Bergander et al. [20], qui ont montré que la fibre de bois pouvait être considérée comme un matériau composite. Lors de ces travaux, les caractéristiques mécaniques de la fibre de bois ont été évaluées en considérant chacune de ses neuf couches constitutives comme des matériaux composites constitués d'une matrice de lignine et d'hémicellulose renforcée par des fibrilles de cellulose. A partir des propriétés mécaniques des constituants élémentaires : lignine, hémicellulose et fibrilles de cellulose, Bergander et al. [20] obtiennent les caractéristiques mécaniques des fibres de bois. Les travaux de Bergander et al. ont montré que les caractéristiques mécaniques élastiques de la cellulose étaient déterminantes pour les propriétés élastiques dans le sens longitudinal des fibres et que dans le cas du module transverse, l'utilisation de constantes orthotropes pour la lignine et l'hémicellulose donnait une meilleure

approche des résultats expérimentaux. Enfin, ces travaux soulignent l'importance de la couche S1 pour l'évaluation des propriétés transverses. Les travaux de Baley [9] ont également permis d'estimer le module d'Young d'une fibre de lin en la considérant comme un matériau composite. Une bonne approximation des propriétés mécaniques de la fibre est alors obtenue en ne modélisant que la couche S2 de la paroi secondaire. La couche S2 est modélisée comme un empilement symétrique de plis, chaque pli étant assimilable à un ensemble de fibrilles de cellulose orientées avec un angle θ correspondant à l'angle microfibrillaire. Dans ce modèle, la matrice est assimilée à de la lignine. Dans les travaux de Bergander et al. et de Baley, l'estimation des propriétés se fait à l'aide d'un modèle construit à partir d'expression micromécaniques proposées par Halpin-Tsai [21], appliquées à des composites à fibres courtes. Pour appliquer ces modèles, une connaissance précise des caractéristiques mécaniques des constituants élémentaires des fibres naturelles est nécessaire. De nombreux travaux portent sur la détermination de ces caractéristiques et présentent des dispersions importantes. Par exemple, Eichhorn et al. [22], délivrent une analyse critique des valeurs du module longitudinal de la cellulose dans laquelle ils font état des variations importantes sur les valeurs déterminées. Le Tableau 1.2 regroupe une liste non exhaustive des données bibliographiques sur les caractéristiques mécaniques des constituants élémentaires de la fibre.

	Cellulose		**Lignine**		**Hémicellulose**	
E_l (MPa)	134000 138000	[23] [22]	2800 4000 2000	[24] [25] [23]	8000 2000	[24] [23]
Et (MPa)	27200 27200	[23] [9]	2000 1000	[25] [23]	3500 800 4000	[20] [23] [9]
G (MPa)	4400 4400	[23] [9]	1500 600 1500	[25] [23] [9]	1800 1000 2000	[20] [23] [9]
ν	0,1 0,1	[23] [9]	0,3 0,33	[23] [9]	0,2 0,2 0,2	[20] [23] [9]
$(l/\Phi)_{cellulose}$	50000 50000	[23] [9]	/		/	

Tableau 1.2. Propriétés élastiques des constituants élémentaires de la fibre.

I.1.2 Processus d'extraction des fibres et filage des fils

Différentes étapes sont nécessaires pour extraire les fibres de la tige de la plante et les préparer au filage. Ces opérations permettent d'éliminer une partie des composants non cellulosiques tels que les pectines, hémicelluloses ou lignines. De plus, en séparant les fibres, la pénétration de la résine lors de l'imprégnation dans un matériau composite sera favorisée, or un des nombreux critères de bonne

adhésion pour la zone clé d'interface fibre/matrice dans les composites est le critère de bonne mouillabilité [26].

La première opération d'extraction est le rouissage et peut s'effectuer par macération dans l'eau, par un procédé mécanique ou encore par un processus chimique (rouissage enzymatique). Il permet la dégradation partielle des pectines, des hémicelluloses et des inter-polymères du réseau pariétal [5]. Cette dégradation joue un rôle sur l'ancrage mécanique des fibres naturelles dans les composites [27-28]. Il a, par exemple, été constaté dans les travaux de Li et al. [28] que la contrainte à rupture des composites MaPP/chanvre à renforts fibres courtes est plus importante pour les composites renforcés par des fibres rouies, celles-ci possédant pourtant une contrainte à rupture en traction plus faible que celle des fibres non rouies. Cette augmentation de la contrainte à rupture des composites est attribuée à l'élimination des composants non cellulosiques, ce qui augmente la rugosité de surface et l'exposition des groupes OH [28].

Après rouissage, les fibres sont extraites de la tige par un procédé mécanique, le défibrage, qui permet de désolidariser la fibre de la chènevotte. Cette opération est cruciale pour obtenir un bon isolement des fibres utilisées par la suite comme renfort et permet notamment une séparation totale des fibres de l'épiderme [14,29].

Au terme de ces étapes, l'affinage se fait au moyen de cardes. Les fibres sont peignées et démêlées afin de les rendre parallèles pour le filage. Cette dernière opération se fait par torsion des filaments de chanvre de façon à ce qu'ils restent solidaires.

I.1.3 Structure et composition des fils

A l'issue de l'opération de filage, les fils présentent une structure hélicoïdale, et sont composés d'un grand nombre de fibres enroulées en spirale et formant un angle avec l'axe du fil qui dépend de la méthode de filage utilisée. Dans la bibliographie, très peu de travaux étudient la microstructure des fils. Les travaux de Madsen et al. [12] sur des fils de type bitord définissent un angle de torsion qui diminue de l'extérieur du fil vers l'intérieur du fil. La structure interne du fil de chanvre est caractérisée au moyen d'observations microscopiques des sections droites des fils. Un angle moyen de 15° à la surface du fil a été mesuré et l'angle moyen de l'ensemble des fibres dans le fil a été estimé à 11° [12]. Madsen et al. [12] constatent une section droite circulaire du fil, avec une distribution spatiale uniforme de fibres dans le fil. Les fibres se présentent à la fois sous forme de faisceaux ou de fibres isolées (Figure 1.2).

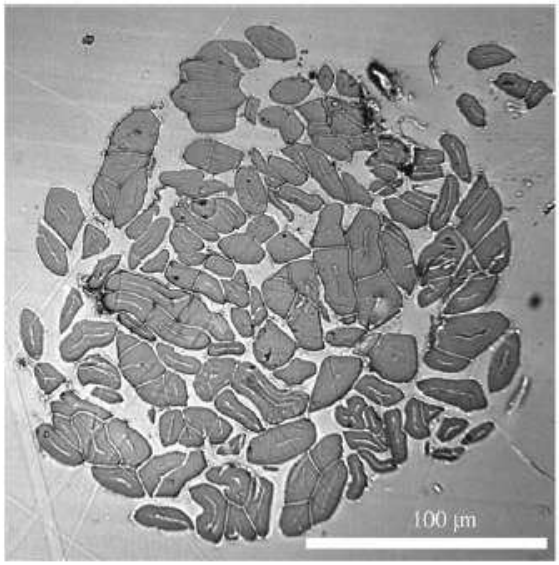


Figure 1.2: Microstructure d'un fil de chanvre [12].

Les études traitant de la composition chimique des fils de chanvre sont également rares. Les données bibliographiques trouvées ont été répertoriées dans le Tableau 1.3

Fil de chanvre		
Composants (%)		**Références**
Cellulose	88,6-90,7	[12]
	83	[14]
Hémicellulose	6,7-9,5	[12]
	11	[14]
Pectine	1	[14]
Lignine	1,5-2	[12]
	1	[14]

Tableau 1.3. Composition chimique des fils de chanvre.

Dans ces études, les pourcentages de cellulose sont beaucoup plus élevés dans le cas des fils (Tableau 1.3) que dans le cas des fibres (Tableau 1.1). Cependant, la provenance des fils est pour la plupart industrielle, ce qui ne permet pas de retracer les traitements subis par les fils qui auraient pu modifier leur composition chimique. Il n'est donc pas prudent de commenter les différences constatées dans la composition chimique des fibres et des fils.

I.1.4 Comportement et propriétés mécaniques des renforts

I.1.4.1 Comportement et propriétés macroscopiques des fibres

Les structures hélicoïdales des fibres et des fils naturels contribuent aux allures similaires des courbes présentant le comportement mécanique en traction de ces matériaux (Figure 1.3).

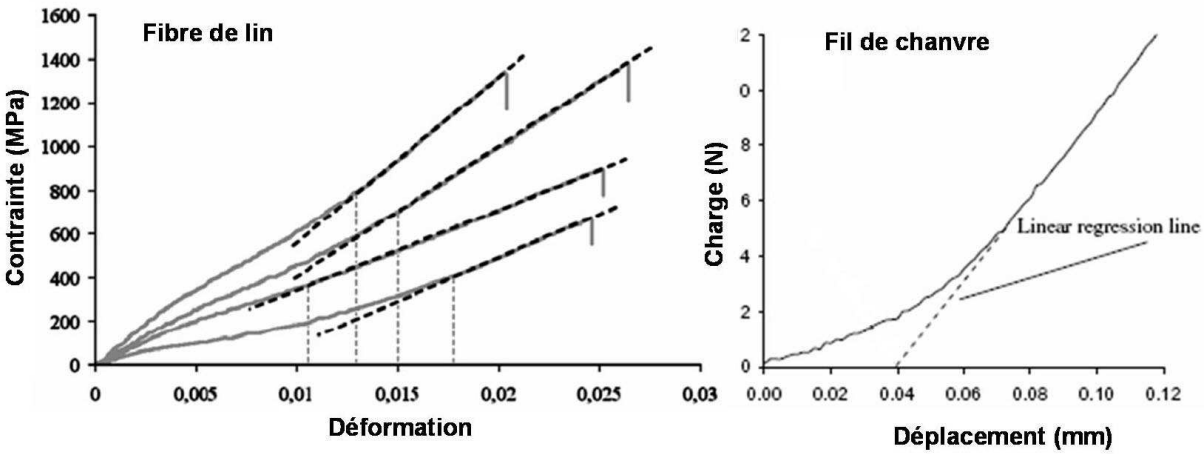


Figure 1.3 : Courbes de traction d'une fibre de lin et d'un fil de chanvre [7,12].

Les travaux précurseurs de Hearle [11] ont défini dès 1963 les mécanismes de déformation des fibres naturelles. Ces travaux expliquent que la déformation d'une fibre naturelle se traduit par une augmentation de la longueur des fibrilles et des régions non cristallines, par une extension en spirale par flexion et torsion des microfibrilles accompagnées d'une réduction du volume des fibrilles, de la matrice interfibrillaire et des espaces présents et par un cisaillement des régions non cristallines pour s'adapter à la nouvelle structure fibrillaire. D'après les travaux de Charlet et al. [7] sur les fibres de coton et de lin, la courbe contrainte-déformation des fibres peut être divisée en trois parties. La première zone, linéaire, correspond à une mise sous tension des parois de la fibre, la seconde zone, non linéaire, peut être associée à une déformation visco-élasto-plastique de la partie amorphe de la fibre et à un alignement des microfibrilles de cellulose suivant l'axe de traction. Enfin la troisième zone, linéaire, caractérise la déformation élastique des microfibrilles, c'est dans cette zone que le module a été déterminé. L'augmentation de la rigidité au cours de la traction est due à la réorientation des microfibrilles de cellulose dans la direction de l'axe de la fibre [9].

De la même manière, Madsen et al. [12] divisent la courbe contrainte-déformation d'un fil de chanvre en deux zones. Une première zone, non linéaire, dont la pente augmente puis une seconde zone linéaire qui permet de calculer le module d'Young du fil (Figure 1.3).

Si de nombreux travaux se sont intéressés aux caractéristiques mécaniques des fibres naturelles pour les comparer à celles des fibres synthétiques, les études sur les fils seuls sont beaucoup plus rares. Les données bibliographiques collectées dans différentes études sont présentées dans le Tableau 1.4. Dans ce tableau, le diamètre ϕ, le module d'Young E, la contrainte à rupture σ^R, la déformation à rupture ε^R et enfin la densité des fibres et des fils de chanvre et de lin sont comparées aux propriétés des fibres de verre.

Le diamètre du fil n'a pas été précisé dans le Tableau 1.4 car il dépend des étapes de filage. Le fil de provenance industrielle est caractérisé par son titre t. Le tex est l'unité de mesure de la masse linéique des fils, 1 tex représente la masse, exprimée en grammes, de 1000 m de fil. Le titre d'un fil s'exprime

en numéro métrique et représente l'inverse du système tex soit Nm x représente x.10^3 m de fil pour 1000g [30].

	Fibres						Fil	
	Verre		*Lin*		*Chanvre*		*Chanvre*	
Ø (µm)	13-15	[31]	10-30	[32]	10-30	[18,33]	/	/
E (MPa)	70000-75000	[2,34]	28000-100000	[2,19]	30000-70000	[2,12]	9000-13000	[12]
σ^R (MPa)	2400	[2,34]	350-1500	[2,32,34]	300-1000	[2,12,28,35]	550-700	[12,14]
ε^R (%)	3	[2]	1,1-2,9	[2,32]	1,6-2,4	[2]	5-7	[12]
Densité	2,5-2,55	[2]	1,4-1,5	[2,19,36]	1,48-1,5	[2,18]	/	

Tableau 1.4. Caractéristiques des fibres de verre, de lin et de chanvre et des fils de chanvre.

D'après les données bibliographiques (Tableau 1.4), la densité des fibres naturelles est très inférieure à celle des fibres de verre ce qui constitue un atout majeur pour les fibres naturelles. Les diamètres des fibres de verre, de chanvre et de lin se trouvent dans des gammes similaires. Les modules d'Young et contrainte à rupture des fibres de lin et de chanvre présentent des dispersions importantes. Cependant, les modules des fibres naturelles sont assez proches de ceux des fibres de verre si l'on s'intéresse aux gammes hautes concernant les fibres naturelles et particulièrement si on les rapportent à la densité. En revanche, les contraintes à rupture des fibres de chanvre et de lin qui sont dans des gammes similaires sont inférieures à celles des fibres de verre.

Les propriétés mécaniques des fibres naturelles issues de la littérature présentent des variations importantes (Tableau 1.4). Tout d'abord, la difficulté de réaliser des essais mécaniques reproductibles sur une fibre unitaire naturelle conduit à une dispersion importante des résultats obtenus. Ces variations peuvent également être expliquées par de nombreux paramètres. Lors de l'extraction de la fibre et notamment lors du rouissage et du défibrage, la composition chimique des fibres peut être modifiée [8,22-24]. Une variation du taux de cellulose et de l'indice de cristallinité indique, par exemple, une structure cristalline plus compacte qui conduit à des variations dans les propriétés mécaniques de la fibre [8]. De plus, les fibres possèdent une composition chimique différente selon leur positionnement dans la tige de la plante. Les travaux de Charlet et al. [32] ont notamment montré que la contrainte à rupture et le module d'Young des fibres de lin issues du haut et du milieu de la tige sont plus élevés que ceux des fibres issues du bas de la tige. Par ailleurs, Pickering et al. [35] ont étudié la contrainte à rupture moyenne de fibres de chanvre pour différents stades de croissance de la plante et ont montré que la contrainte à rupture maximale était obtenue pour une croissance de 114 jours. Enfin, les travaux de Charlet et al. [32] et de Baley [9] ont également montré que le module d'Young et la contrainte à rupture des fibres de lin diminuaient quand le diamètre de celles-ci augmente.

Dans le cas des fils, leurs propriétés étant liées à celles des fibres, les paramètres tels que leur composition chimique, la cristallinité de la cellulose ou la distribution des longueurs des fibres au sein du fil sont susceptibles d'influer sur les valeurs mesurées [12].

I.1.4.2 Variations des propriétés mécaniques avec les différentes échelles de la microstructure du fil

Le module d'Young et la contrainte à rupture des fils de chanvre sont inférieurs à ceux des fibres de chanvre, ce qui s'explique par leur structure hélicoïdale mais également par le changement d'échelle. Le Tableau 1.5 présente les rapports longueur sur diamètre, l'angle des fibres et le module d'Young moyen de la cellulose, des fibres et des fils de chanvre.

	Cellulose		Fibre		Fil	
l/ϕ moyen	50000	[23]	549	[18]	∞	
Angle moyen renforts	/	/	6,2	[17]	10	[17]
E moyen	136000	[22-23]	50000	[2,12]	11000	[12]

Tableau 1.5. Propriétés moyennes des échelles de la microstructure d'un fil de chanvre.

D'après le Tableau 1.5, chaque passage à une échelle supérieure, de la cellulose vers la fibre unique puis vers le fil, entraîne une diminution du module d'Young. En effet, le module d'Young de la cellulose (136000 MPa) est divisé par trois pour obtenir le module d'une fibre unitaire de chanvre (50000 MPa) qui est divisé par un peu plus de trois pour atteindre le module d'Young d'un fil de chanvre (11000 MPa). Thygesen et al. [14] ont formulé les mêmes constatations en s'appuyant sur les valeurs de nombreux travaux. Ils soulignent une diminution de la contrainte à rupture de l'échelle moléculaire à l'échelle de la fibre, puis de l'échelle de la fibre à l'échelle du faisceau de fibres dans le cas du chanvre. Thygesen et al. [14] attribuent la diminution de l'échelle moléculaire à l'échelle de la fibre unitaire à une interface plus faible entre les lamelles concentriques de la paroi de la fibre, à un affaiblissement de la fibre unitaire dû aux défauts ainsi qu'à une contrainte de fixation insuffisante entre la cellulose, l'hémicellulose, la lignine et la pectine. La diminution constatée entre l'échelle de la fibre et l'échelle des faisceaux est expliquée par l'architecture en faisceau.

L'échelle à laquelle se situent les renforts utilisés dans le composite présente donc une importance primordiale. Dans la littérature, l'utilisation du terme « renfort fibres » lorsqu'il s'agit d'un composite unidirectionnel est un abus de langage, il est en réalité question de renforts « faisceaux de fibres courtes » et non de fibres unitaires.

I.2. Intérêt et propriétés mécaniques des composites tissés à fibres naturelles

Dans la littérature, parmi les nombreuses études sur les composites à fibres libériennes, la grande majorité des travaux porte sur des composites à fibres courtes de chanvre ou de lin. Dans la bibliographie, on trouve quelques études qui s'intéressent à des composites à renforts fibres longues unidirectionnelles de lin ([32,37-38]) ou à renfort tissus de lin ou de jute ([6,39-40]). Mais très peu d'études portent sur le comportement mécanique de composites à renfort fil de chanvre [14,41].

Le Tableau 1.6 présente les résultats bibliographiques concernant les caractéristiques mécaniques en traction de composites à renforts tissus ou à renforts unidirectionnels (UD) pour différents taux volumiques ou massiques de fibres, et, lorsque la donnée est renseignée dans la littérature, le grammage, masse d'un mètre carré de tissu, est indiqué.

Résine	Renfort	Direction traction	Taux volumique ou * massique de fibres	Grammage (g/m²)	E (MPa)	σ^{rupt} (MPa)	ε^{rupt} (%)	Référence
Polyester	Tissu de verre	chaîne	51	540	27000-39000	451-483	1,5-2,3	[39]
Vinylester	Tissu de lin	chaîne	29	270	7300-9900	56-116	0,8-3,4	[39]
		chaîne	33	290	6300-7300	65-97	1,7-1,9	[39]
Epoxy	Tissu de lin	chaîne	34,3*	/	7800-8220	104-112	/	[40]
Epoxy	Tissu de lin	trame	34,3*	/	5860-6040	62-66	/	[40]
Polyester	Tissu de jute	chaîne	45	/	5900-8100	57-63	/	[6]
Epoxy	Lin (fibres longues) UD	chaîne	19,8 ± 0,3	/	11100-12400	113-126	0,9-1,5	[32]
Polyethylene-terephtalate	Fil de chanvre	parallèle au fil	30	/	16900-18300	200-210	2,7-3,1	[41]
		transverse au fil	30	/	3400-3600	19	0,7-0,9	[41]

Tableau 1.6. Caractéristiques mécaniques en traction de composites tissés et de composites UD à renforts fils.

Les propriétés mécaniques des composites à renfort tissu de verre sont bien supérieures aux propriétés mécaniques des composites à renforts fibres naturelles. Par exemple, les composites polyester à renfort tissu de jute possèdent un module d'Young compris entre 5900 MPa et 8100 MPa et une contrainte à rupture comprise entre 57 et 63 MPa [6]. Pour un taux volumique de fibres légèrement supérieur, les composites polyester à renfort tissu de verre possèdent un module d'Young compris entre 27000 MPa et 39000 MPa et une contrainte à rupture comprise entre 451 et 483 MPa [39].

Dans le sens des fils, les propriétés mécaniques en traction des composites unidirectionnels sont situées dans des gammes très supérieures à celle des composites tissés dans le sens chaîne pour des taux volumique de fibres similaires. Madsen et al. [41] ont déterminé un module d'Young de 17600 MPa et une contrainte à rupture de 205 MPa pour un composite polyethyleneterephtalate à renfort fil long de chanvre avec un taux volumique de renfort de 30%. Goutianos et al. [39] ont déterminé un module d'Young compris entre 7300 et 9900 MPa et une contrainte à rupture comprise entre 56 et 116 MPa pour un composite à renfort tissu de lin et à matrice vinylester pour un taux volumique de renfort de 30%. Cependant, dans la direction transverse au fil, les propriétés des composites unidirectionnels à renfort fils sont très nettement diminuées. Par exemple, Madsen et al. [41] ont montré que le module d'Young des composites unidirectionnels à renfort fils passe de 17000 MPa dans le sens du fil à 3500 MPa dans le sens transverse et la contrainte à rupture de 205 MPa à 19 MPa dans le sens transverse. Les composites à renfort tissu conservent des propriétés intéressantes dans le sens chaîne et trame. Les travaux de Liu et al. [40] ont montré que le module d'Young des composites à renforts tissus taffetas

1/1 de lin passent de 8000 MPa dans le sens chaîne à 6000 MPa dans le sens trame et la contrainte à rupture de 110 MPa à 65 MPa dans le sens trame.

Pour répondre à des sollicitations croisées, deux solutions sont envisagées: l'empilement des plis unidirectionnels à 0° ou à 90°, ou l'utilisation d'un renfort tissé. Le renfort tissé présentera des caractéristiques mécaniques inférieures, mais son procédé d'élaboration et de mise en forme sera beaucoup plus simple. En effet, il ne nécessitera pas la fabrication préalable de préimprégnés unidirectionnels (inexistants aujourd'hui sur le marché du chanvre) et la stratification des différentes couches.

Chapitre II. Caractérisation de l'endommagement dans les composites tissés

II.1. Généralités sur les composites à renfort tissés et leurs endommagements.

II.1.1 Généralités et notations sur les composites à renforts tissés

Il existe de nombreuses configurations différentes de tissage bidimensionnel. Dans cette étude, des armatures de type taffetas ont été étudiées, ces architectures correspondent à un entrelacement alternatif des mèches de sens chaîne et de sens trame (Figure 1.4).

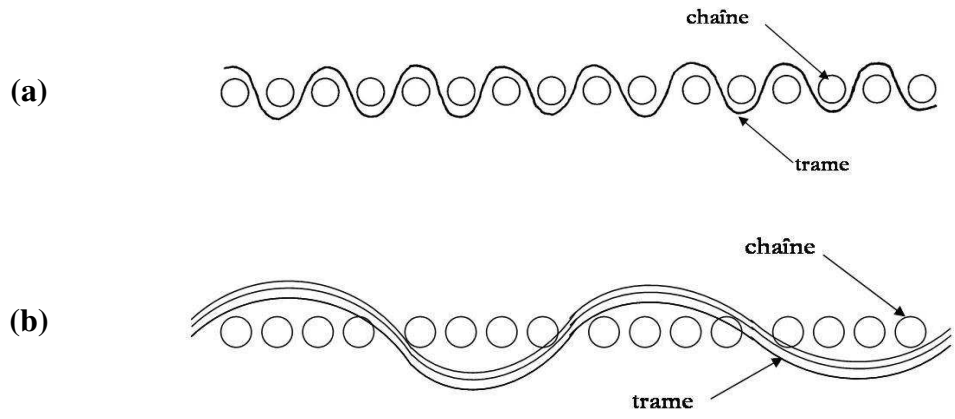


Figure 1.4: Schématisation d'un tissu taffetas 1/1 (a), 4/4 (b).

L'élaboration d'un composite stratifié à renfort tissu consiste à empiler un nombre n donné de couches de tissu orientées suivant un angle donné par rapport à une direction choisie. Lors de l'imprégnation du composite, la résine pénètre au sein de chaque couche tissu. Le composite formé contient alors n plis, chaque pli étant composé par une couche de tissu imprégnée dans la résine polymère. On définit

alors un repère orthonormé de référence associé au stratifié noté R(O,x,y,z) ainsi que n repères locaux, un pour chaque pli du stratifié de sorte que le vecteur x indique la direction parallèle au plan du stratifié. Chaque repère local est un repère orthonormé R(L,T) lié à chacun des plis du stratifié caractérisé par la direction L qui correspond à la direction chaîne de la couche tissu et par la direction T qui correspond à la direction trame de la couche tissu. De plus, l'angle θ (L,x), angle entre le plan du stratifié et la direction chaîne de la couche tissu, définit l'orientation de chaque pli par rapport au plan du stratifié. Le stratifié sera donc composé de n plis chacun caractérisé par son angle $\theta_{i,i=1..n}$ (Figure 1.5).

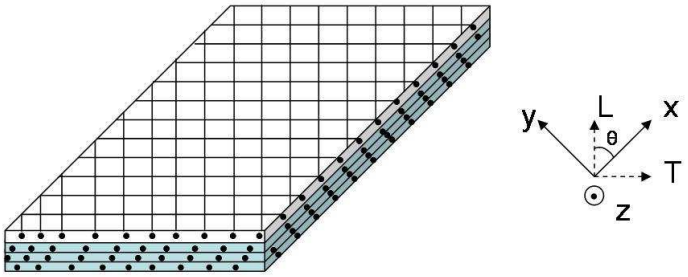


Figure 1.5: Schématisation d'un stratifié.

D'après les travaux de Berthelot [42], la direction chaîne d'un tissu est caractérisée par le nombre de fils par unité de longueur (n_{ch}) et le titre des fils (t_{ch}). De même la direction trame d'un tissu est caractérisée par le nombre de fils par unité de largueur (n_{tr}) et le titre des fils (t_{tr}). Le coefficient d'équilibrage en chaîne k d'un tissu est alors donné par l'équation (1) qui mesure la proportion relative en volume de fils sens chaîne.

$$k = \frac{\dfrac{n_{ch}t_{ch}}{\rho_{ch}}}{\dfrac{n_{ch}t_{ch}}{\rho_{ch}} + \dfrac{n_{tr}t_{tr}}{\rho_{tr}}} \quad \textit{avec } \rho_{ch} \textit{ et } \rho_{tr} \textit{ les masses volumiques des fils de chaîne et de trame} \qquad (1)$$

Dans le cas de fibres de même nature en chaîne et en trame, l'équation (1) devient l'équation (2a). Dans le cas de titre identique en chaîne et en trame, l'équation (1) devient l'équation (2b); enfin, si le tissu est équilibré, l'équation (1) devient l'équation (2c).

$$\text{(a)}\ k = \frac{n_{ch}t_{ch}}{n_{ch}t_{ch} + n_{tr}t_{tr}} \ ;\ \text{(b)}\ k = \frac{n_{ch}}{n_{ch} + n_{tr}} \ ;\ \text{(c)}\ k = 1/2 \qquad (2)$$

II.1.2 Généralités sur l'endommagement des composites tissés

Les principaux mécanismes d'endommagement responsables de la ruine macroscopique d'un composite à renfort tissu lors d'une sollicitation en traction sont :

- les mécanismes matriciels tels que la fissuration de la résine,
- les mécanismes liés aux renforts tels que les ruptures de fibres,
- les mécanismes interfaciaux.

Aucun délaminage n'a été observé. Les trois grandes catégories d'endommagements interfaciaux sont présentés dans la Figure 1.6 [43-44]. L'interface de type FIL-T est l'interface fibre/matrice située à l'intérieur d'un fil transversal, l'interface de type FIL-LT est l'interface fibre/matrice entre un fil transversal et un fil longitudinal. Enfin, l'interface de type FIL-L est l'interface fibre/matrice dans un fil longitudinal.

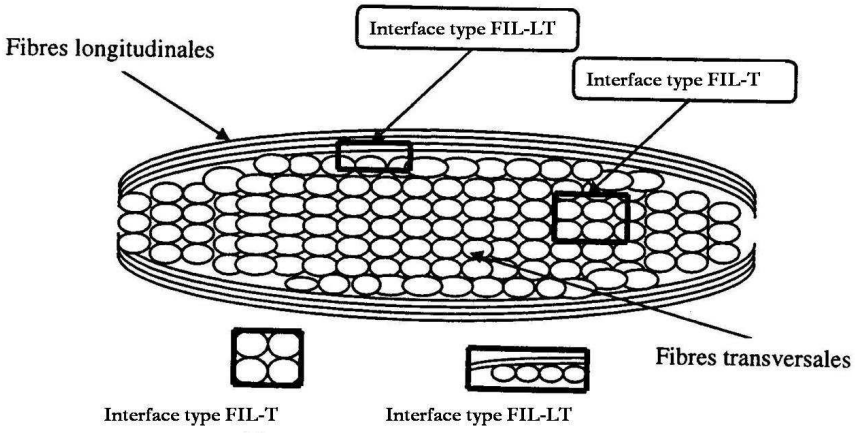


Figure 1.6 : Les interfaces dans les composites à renfort tissu [44].

Il existe de nombreuses méthodes d'identification des endommagements qui peuvent être séparées en deux grandes classes : les méthodes directes qui permettent d'observer directement l'endommagement, par exemple, les techniques de microscopies optique, électronique à balayage ou en transmission ou encore la diffusion des rayons X, et les méthodes indirectes qui caractérisent la mesure d'un paramètre physique qui évolue au cours de l'endommagement, par exemple la mesure de l'évolution du module d'élasticité, l'émission acoustique, les techniques ultrasonores ou encore la thermographie. Un suivi complet de l'endommagement nécessite d'utiliser au moins une méthode directe et une méthode indirecte [43].

Dans notre étude, une méthode directe (observations microscopiques) et deux méthodes indirectes (émission acoustique et perte de rigidité) seront utilisées et comparées pour caractériser l'endommagement des matériaux étudiés ; une attention particulière sera donc portée à ces techniques qui seront détaillées dans les paragraphes suivants.

II.2. La technique d'émission acoustique

II.2.1 Principe

La norme NF A 09-350 [45] définit l'émission acoustique comme « un phénomène de libération d'énergie élastique sous forme d'ondes élastiques transitoires au sein d'un matériau ayant des processus dynamiques de déformation ». Cette technique permet l'enregistrement des ondes constituant la réponse d'un matériau face à une sollicitation mécanique. Elle est non directionnelle, des ondes de nature différentes se propagent dans tout le matériau, dans toutes les directions et sont atténuées lors de leur propagation [46].

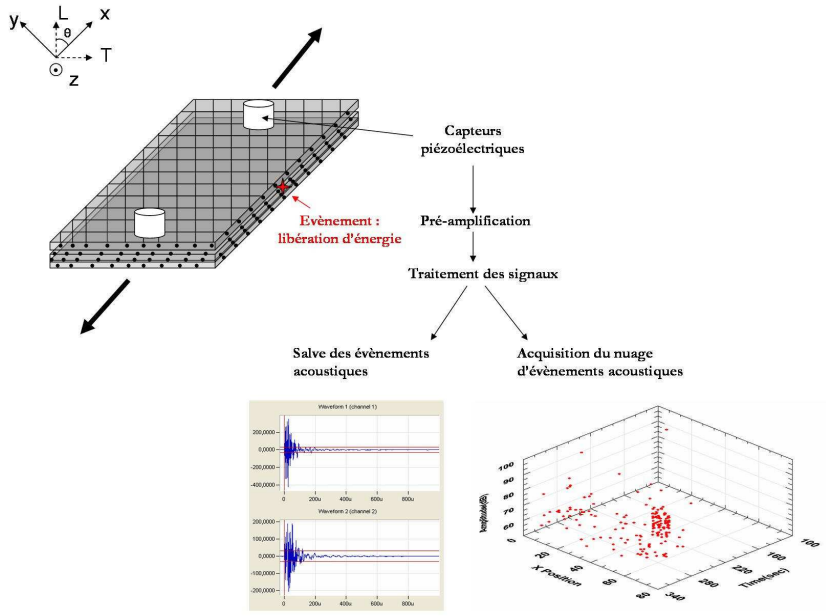


Figure 1.7: La chaîne d'acquisition d'émission acoustique.

Des capteurs piézo-électriques placés à la surface de l'échantillon captent les vibrations de surface et les amplifient pour délivrer le signal d'émission acoustique (Figure 1.7). Ce signal délivre des informations en temps réel sur le comportement du matériau, les défauts passifs ne sont donc pas détectés.

L'émission acoustique continue est distinguée de l'émission acoustique discrète par salves. L'émission continue correspond à l'augmentation ponctuelle d'un bruit de fond. L'émission discrète est constituée de signaux transitoires aléatoires de fortes énergies et de courte durée, elle correspond au cas des matériaux composites [47]. Lorsqu'un matériau est soumis à des sollicitations mécaniques, il subit différents types d'endommagement qui conduisent à la rupture. Chaque mécanisme d'endommagement est source d'une onde d'émission acoustique de type discret. La Figure 1.7

présente l'acquisition d'un nuage d'évènements acoustiques lors d'une sollicitation en traction d'un composite. Le nuage acquis peut contenir l'ensemble des coups appelés « hit », qui correspondent aux phénomènes acoustiques entendus par l'un ou les deux capteurs. Les informations peuvent également être traitées en terme d'évènements appelés « event », il s'agit alors d'évènements acoustiques qui ont été entendus par les deux capteurs.

L'onde captée au bout de la chaîne d'émission acoustique se présente sous la forme d'une salve et se caractérise par de nombreux paramètres (Figure 1.8) :

- l'amplitude maximale positive ou négative exprimée en décibels,
- la fréquence instantanée ou fréquence moyenne sur l'ensemble des coups détectés,
- l'énergie du signal,
- le nombre de coups ou le nombre d'évènements,
- le temps d'un coup, le temps auquel un coup a été détecté,
- le temps de montée, la durée entre le premier dépassement de la limite et le moment où le maximum d'amplitude est atteint,
- la durée de la salve, durée entre le premier dépassement de la limite et le dernier dépassement de la limite.

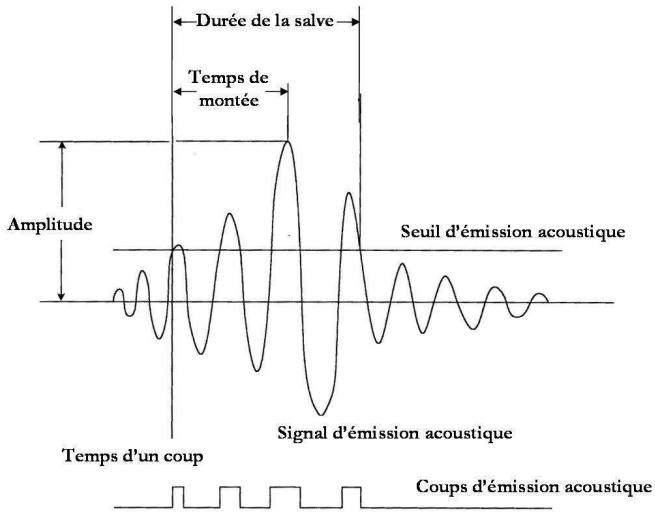


Figure 1.8: Représentation schématique d'une salve d'émission acoustique [48].

Dans la littérature, la technique d'émission acoustique a été appliquée sur de nombreux matériaux composites pour identifier leurs mécanismes d'endommagement et pour quantifier l'endommagement subi par le matériau.

II.2.2 Identification des mécanismes d'endommagement

Mehan et al. [49] ont réalisé des travaux précurseurs pour tenter de séparer les différents mécanismes d'endommagement en partant de l'hypothèse que chaque mécanisme d'endommagement possède une signature acoustique propre. Depuis, de nombreux travaux ont été menés pour identifier les mécanismes d'endommagement sur des matériaux très divers. Dans la littérature, une étude a notamment identifié les mécanismes d'endommagement des fibres de lin à partir de l'amplitude des évènements acoustiques [50]. Ces travaux isolent notamment les phénomènes de séparation longitudinale des fibres pour des amplitudes inférieures à 35 dB, les fissurations transverses des fibres pour des amplitudes comprises entre 35 et 60 dB, ainsi que les ruptures multiples de fibres pour des amplitudes supérieures à 60 dB. L'identification des mécanismes d'endommagement des matériaux composites par la technique d'émission acoustique nécessite d'associer l'évolution d'un ou de plusieurs paramètres d'émission acoustique à un mécanisme d'endommagement. Différentes correspondances ont été déterminées (Tableau 1.7). Dans ces études, les paramètres tels que l'amplitude, la fréquence ou la forme de la salve sont étudiés pour caractériser les mécanismes d'endommagement des composites.

Composites à fibres synthétiques		
Matériau	**Grandeurs étudiées**	**Références**
Verre/polypropylène (fibres courtes de verre)	Amplitude	[51]
Verre/époxy (5% des fibres sont tissées perpendiculairement pour maintenir les fibres parallèles)	Amplitude	[52]
Carbone/Polyester Composite monofilamentaire (fibre unique)	Fréquence	[53]
Verre/époxy (fibre de verre grand diamètre, specimen avec encoche)	Amplitude	[54]
	Fréquence	
	Forme de la salve	
Verre/Nylon Verre mât/Matrice NBC	Amplitude	[55]
	Energie	
Polyéthylène auto-renforçés	Amplitude	[56]
Basalt/PP (fibres courtes)	Amplitude	[57]
Composites à fibres naturelles		
Matériau	**Grandeurs étudiées**	**Références**
Maïs sec /Polyéthylène (fibres courtes)	Amplitude	[58]
Kenaf/caoutchouc naturel (fibres courtes)	Amplitude	[59]

Tableau 1.7. Utilisation des paramètres d'émission acoustique pour déterminer les mécanismes d'endommagement.

Par exemple, les travaux de Barré et al. [51] sur des composites polypropylène renforcés par des fibres courtes de verre ont montré une correspondance entre les amplitudes des évènements acoustiques et les mécanismes d'endommagement. Ces auteurs ont montré que la fissuration matricielle se trouvait dans des gammes variant de 40 à 55 dB, les ruptures interfaciales dans des gammes variant de 60 à 65 dB, l'arrachage de fibres pour des gammes variant de 65 à 85 dB, les ruptures de fibres pour des gammes variant de 85 à 95 dB. Dogossy et al. [58] sur des composites maïs/polyéthylène, ont déterminé la déformation du maïs pour des amplitudes inférieures à 25 dB, l'arrachage du maïs pour des amplitudes comprises entre 26 et 40 dB et les ruptures du maïs pour des amplitudes supérieures à 41 dB.

Cependant, certains travaux sur des composites à fibres synthétiques ont mis en évidence que lors d'une analyse sur un seul paramètre d'émission acoustique, les zones de recouvrement sont importantes et peuvent rendre difficile l'interprétation des mécanismes d'endommagement [47]. De plus, les travaux de De Rosa et al. [60] ont montré que dans le cas de composites à fibres naturelles qui possèdent des géométries complexes, les gammes trouvées sont souvent très variables pour un même matériau en fonction de l'expérimentateur, ce qui met en évidence toute la difficulté d'obtenir des gammes représentatives des mécanismes d'endommagement. Par ailleurs, dans le cas des composites tissés, l'architecture mésoscopique complexe du matériau engendre une multiplication des interfaces et des mécanismes d'endommagement [61-62] ce qui rend difficile l'interprétation de l'émission acoustique.

La solution développée pour l'étude des composites tissés dans les travaux de Huguet et al. [63] ou de Marec et al. [64] consiste à utiliser des méthodes plus complexes de traitement des données d'émission acoustique en développant des études multiparamétriques. Dans ces études, le but est de détecter des familles d'évènements qui possèdent des caractéristiques communes. Pour cela, des analyses statistiques sont développées [63]. Par exemple, Marec et al. [64] identifient les mécanismes d'endommagement de composites verre/polypropylène grâce à l'étude de cinq descripteurs : l'énergie, l'amplitude, le temps de montée, les coups et la durée du signal. L'étude multiparamétrique a aussi été réalisée dans les travaux de Huguet et al. [63] sur des composites UD verre/polyester grâce à la technique de la carte topologique de Kohonen. Cependant, dans l'étude multiparamétrique, l'identification des familles, le choix du nombre de familles et de descripteurs sont primordiaux et restent délicats. En effet, il existe de nombreux descripteurs souvent couplés et d'importance différente [65].

Pour gérer la complexité des mécanismes rencontrés, certaines études multiplient les types d'essais et/ou les techniques expérimentales [66-68]. En effet, dans le cas de composites stratifiés à renforts unidirectionnels, l'identification des mécanismes d'endommagement est communément réalisée au moyen d'essais de traction sur la résine seule et sur des composites unidirectionnels à 0°, 45° et 90° [56,63]. Les modes dominants d'endommagement pour chaque orientation sont alors directement reliés aux amplitudes d'évènements acoustiques enregistrées. Par exemple, Zhuang et al. [56]

identifient les fissurations matricielles à partir d'essais de traction sur résine pure, les décohésions fibre/matrice sur des composites orientés à 90°, les ruptures de fibre sur des orientations à 0° et les délaminages sur des orientations à +45°/-45°. Dans leurs travaux, Karger-Kocsis et al. [55] ont déterminé de façon très précise les mécanismes de déformation des composites verre/nylon grâce à des essais interrompus et une analyse en thermographie X en fonction soit de l'amplitude des évènements acoustiques soit de l'énergie.

Dans le cas des composites tissés, Scida et al. [66] développent des essais complémentaires de flexion et de cisaillement sur des composites verre/époxy pour des tissages de type sergé et satin. Lomov et al. [67] couplent les enregistrements d'émission acoustique avec des radiographies X pour identifier les modes d'endommagement dans des composites carbone/époxy à renforts tissés.

De nombreuses méthodes sont donc mises en œuvre pour permettre une identification claire des mécanismes d'endommagement. Dans notre étude, la méthode d'identification développée s'appuiera sur des analyses multi-échelles.

II.2.3 Quantification du développement des endommagements

L'émission acoustique est également une technique adaptée pour quantifier l'endommagement [69]. Lorsqu'un matériau est sollicité par des cycles répétés progressifs, deux phénomènes contradictoires bien connus en émission acoustique peuvent survenir, l'effet Kaiser et l'effet Felicity. Soit C1 le niveau de sollicitation du matériau lors de la première charge et C2 la charge à partir de laquelle des signaux d'émission acoustique sont détectés lors de la seconde recharge. L'effet Kaiser survient si, lors de la seconde recharge, le matériau n'émet de signaux d'émission acoustique qu'une fois la première charge C1 atteinte et dépassée (C1<C2). Au contraire, si C2<C1, c'est-à-dire si les endommagements subis par le matériau génèrent des signaux acoustiques avant d'atteindre à nouveau C1, alors il s'agit de l'effet Felicity caractérisé par le rapport Felicity f=C2/C1. Lors d'une décharge, les évènements acoustiques générés seront attribués à des phénomènes de frottement. Au contraire, les phénomènes d'émission acoustique détectés lors d'une charge sont associés à la propagation des endommagements [46-47,70].

Parmi les nombreux travaux sur ce sujet, les travaux de Moevus et al. [70], par exemple, ont montré que le nombre d'évènements acoustiques est un paramètre pertinent pour quantifier l'endommagement dans les matériaux composites. Dans ces travaux, deux matériaux composites SiC/[Si-B-C] présentant des comportements différents à la rupture ont été testés. Les résultats montrent que dans le cas du composite présentant le plus grand nombre de fissurations matricielles, des signaux acoustiques plus nombreux ont été détectés. Ces résultats ont été confirmés par l'étude de Zhuang et al. [56] qui a montré que le nombre d'évènements acoustiques récoltés était 24 fois plus élevé par exemple dans le cas de composites polyéthylène auto-renforcés +45°/-45° par rapport aux mêmes composites orientés à 45°. L'analyse des courbes du nombre cumulé d'évènements ou de coups est donc un moyen de quantifier l'endommagement dans les composites. Cette courbe présente

une augmentation quasi exponentielle [56,71] décrite par le modèle d'endommagement de Zweben et Rosen [72-73]. Dans leurs travaux, Mouhmid et al. [71] ont décomposé la courbe contrainte/déformation de matériaux composites verre/PA66 en trois parties. Ces trois zones correspondent aux trois phases du nombre cumulé de coups en fonction du temps et notamment une zone finale d'accélération brutale du nombre de coups a pu être clairement identifiée. Dans les travaux de Zhuang et al. [56], l'allure des courbes du nombre cumulé d'évènements acoustiques en fonction de la contrainte pour des composites polyéthylène auto-renforcés a été étudiée. Les résultats montrent que pour chaque orientation 0°, 90°, 45° et +45°/-45°, trois phases peuvent être définies. Enfin, Lomov et al. [67] ont étudié les courbes d'énergie cumulée d'émission acoustique en fonction de la déformation, et ont montré que ces courbes permettaient également de décrire la progression de l'endommagement dans des matériaux composites tissés carbone/époxy.

L'utilisation de l'émission acoustique et notamment l'analyse de l'évolution du nombre cumulé d'èvènements acoustiques peut donc permettre de caractériser l'endommagement dans les matériaux composites. Il existe également de nombreux autres indicateurs d'endommagement. Notamment, en mécanique de l'endommagement continu, la perte de rigidité est souvent utilisée comme un indicateur de l'endommagement du matériau.

II.3. Suivi de la perte de rigidité

L'utilisation de cette grandeur se base sur l'hypothèse suivante : la perte des propriétés mécaniques due à un changement progressif irreversible dans la microstructure du matériau peut être évaluée par un paramètre d'endommagement d (scalaire ou tensoriel). Ces modèles se basent sur la théorie de Kachanov qui propose de caractériser l'endommagement grâce au tenseur de contraintes effectives [74]. Cette loi d'évolution de la rigidité du matériau en tant qu'indicateur est utilisée par Lemaitre et Chaboche [75] dans leur définition d'un matériau homogène équivalent au matériau endommagé. Le volume du matériau endommagé sous la contrainte nominale σ possède la même réponse qu'un matériau fictif sain sous la contrainte effective σ_{eff} de sorte que l'équation (3) soit vérifiée.

$$\sigma_{eff} = \sigma(1-d) \qquad (3)$$

avec d, paramètre d'endommagement

Ces modèles utilisent la variable d'endommagement d basée sur la diminution de rigidité du composite donnée par l'équation (4).

$$d = 1 - E_s / E_0 \qquad (4)$$

avec d, paramètre d'endommagement
E_s, module sécant de chaque boucle d'hystérésis
E_0, module initial du matériau étudié

Ce type de modèle a largement été utilisé pour des composites à fibres de carbone [76-78] ou de verre [79] et est également utilisé dans les modèles d'endommagement appliqués aux composites tissés à fibres de verre [80]. Cependant, comme le montrent Gorbatikh et al. [81] dans leurs travaux, le principe de déformation équivalente utilisé dans le modèle d'endommagement continu est applicable lorsque l'endommagement se compose d'un grand nombre de défauts plus ou moins uniformément distribués dans le volume considéré. Cette hypothèse n'est pas nécessairement respectée dans le cas des composites à renforts tissus à l'échelle mésoscopique, les résultats devront donc être interprétés avec prudence.

II.4. Méthodes d'analyse de champ par corrélations d'images numériques

II.4.1 Principe

La méthode d'analyse de champ par corrélation d'images est basée sur un système de reconnaissance visuelle d'un motif. Cette méthode permet de mesurer les champs de déformation bidimensionnels à la surface d'une éprouvette. Pour cela, un opérateur de corrélation cherche à reconnaître dans une image un motif particulier. La texture naturelle de l'objet étudié peut être utilisée comme support de calcul, il s'agit alors généralement d'une surface aléatoire. Des structures non naturelles, aléatoires de type mouchetis ou structurées de type réseau de trait, peuvent également servir de support.

En pratique, une acquisition d'images successives de l'éprouvette lors du trajet de chargement est effectuée. Un ensemble de points de mesure est défini dans le champ d'intérêt. Dans le cas de la technique de corrélation d'images de mouchetis, chaque point de mesure est en réalité représenté par une fenêtre de corrélation de taille NxN pixels² centrée autour du point de mesure. Chaque fenêtre de corrélation est ainsi caractérisée par un motif aléatoire unique repéré dans la texture naturelle ou artificielle. Le champ de déplacement est alors mesuré entre deux images successives par la reconnaissance, dans la seconde image, du motif de corrélation présent dans la première image (Figure 1.9). Cette reconnaissance est assurée par un critère de corrélation [82-83].

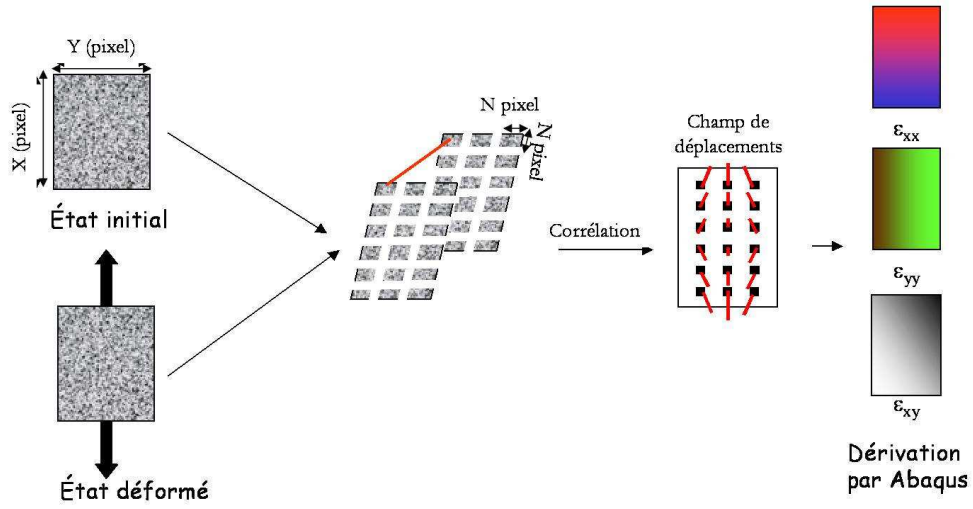


Figure 1.9: Schéma de principe de la corrélation d'images numériques de mouchetis [84].

II.4.2 Applications

Les méthodes de corrélation d'images permettant de caractériser les vecteurs déplacements ont été introduites par Burch et Tokarski [82] et appliquées par la suite sur de nombreux matériaux et dans des configurations très diverses [85-89].

Par exemple, Lagattu et al. [87] ont étudié des composites à fibres de carbone et matrice époxy ou thermoplastique au moyen de la technique de corrélation d'images en lumière blanche. Des mesures des champs de déformations totales et résiduelles autour d'un trou jusqu'à des valeurs de déformations de 10% ont pu être effectuées. Dans les composites à fibres naturelles, Sretenovic et al. [88] ont utilisé la technique de granularité laser pour caractériser le champ de déformation aux extrémités d'une fibre de bois imprégnée dans une résine polyéthylène basse densité. Cette étude a permis de caractériser le transfert de charge de la matrice à la fibre de bois. Cependant, Brillaud et al. [83] ont montré que la technique de corrélation d'images numériques en lumière blanche permettait d'éviter la perte brutale de corrélation observée lors de l'utilisation de la technique de granularité laser. Les travaux de Godara et al. [89] ont récemment révélé les champs de déformation locaux dans des matériaux composites bois/polypropylène grâce à la technique de corrélation d'images numériques en lumière blanche avec une précision au 4/100ème de pixel. Ces résultats ont été reliés aux endommagements microstructuraux localisés.

L'intérêt de la technique de corrélation d'images a été discutée dans les travaux de Brillaud et al. [83], qui ont montré que cette méthode permettait d'obtenir, y compris dans des zones de fort gradient, une bonne précision de mesure jusqu'au dixième de pixels sur une gamme de déformation pouvant atteindre 12% entre deux images consécutives. Cette technique est particulièrement bien adaptée à la caractérisation du champ de déformation à proximité d'hétérogénéités ou de discontinuités dans le

champ étudié. En particulier, cette technique a été utilisée pour la mesure du champ de déformation autour d'une fissure, en présence de défauts ou proche de singularités géométriques [90].

Chapitre III. Caractérisation de l'interface fibre/matrice dans les composites à fibres naturelles.

III.1. L'interface dans les composites à fibres végétales

L'interface se définit comme une région d'épaisseur nulle formée par une frontière commune au renfort et à la matrice et qui assure le lien entre ces deux entités pour le transfert de charge. L'interphase fait référence à la surface géométrique de contact entre le renfort et la matrice, d'épaisseur non nulle et dont les propriétés mécaniques et physiques varient continûment entre celles de la fibre et celles de la matrice [91]. Dans la littérature, ces deux notions sont utilisées pour définir la zone particulière qui assure la liaison renfort/matrice et constitue une zone clé pour l'optimisation des propriétés mécaniques des matériaux composites. Il existe de nombreux modèles d'adhésion qui retranscrivent l'ensemble des phénomènes d'adhésion: le modèle de l'ancrage mécanique, la théorie électrique, la théorie des couches de faibles adhésion et le concept d'interphase, la théorie thermodynamique de l'adhésion et le modèle des facteurs multiplicatifs, la théorie de la diffusion et de l'interdiffusion et la théorie de la liaison chimique [26]. La nature de l'adhésion dépend d'un nombre important de mécanismes [91].

Dans le cas des composites à fibres naturelles, la première étape consiste à réaliser une bonne imprégnation, en effet l'efficacité du renforcement des fibres dépend de la capacité à optimiser l'adhésion entre la surface hydrophile des fibres et la matrice polymère hydrophobe. La compatibilité fibre/matrice est principalement gouvernée par la polarité de surface des deux entités en présence. Dans le cas de fibres polaires (hydrophiles) et d'une matrice apolaire (hydrophobe), la faible compatibilité conduit à une adhésion faible entre les deux matériaux [92]. Notamment, la présence de groupes eau et hydroxyle libres dans les fibres cellulosiques, en particulier dans les régions amorphes, diminue les capacités de la plante à développer des caractéristiques adhésives avec la matrice [93].

Pour optimiser l'interface fibre/matrice, Nardin [26] a montré que deux théories principales devaient être prises en compte. En première approche, le modèle de l'ancrage mécanique qui prend en compte la structure externe des fibres végétales. Dans ce modèle, l'ancrage de l'adhésif dans les pores ou les

cavités de la surface solide contrôle la résistance adhésive. En seconde approche, les travaux de Nardin [26] soulignent l'importance de la théorie thermodynamique de l'adhésion et le modèle des facteurs multiplicatifs, et notamment la nécessité d'augmenter la compatibilité thermodynamique, la mouillabilité, pour que la résine pénètre complètement la structure de la fibre végétale. Dans cette théorie, l'adhésion est gouvernée par le résultat des forces interatomiques et intermoléculaires à l'interface (interaction à longue portée de type Van der Waals ou interaction à courte portée de type acide base).

De plus, la géométrie complexe des fibres et des fils naturels imposent de prendre certaines précautions lorsqu'ils sont utilisés en tant que renfort dans des matériaux composites. Les travaux de Li et al. [6] sur les composites à renforts tissus de fibres naturelles ont montré que plus le diamètre de la fibre est grand, plus il y a de cavités entre les fibres ce qui facilite le flux entre faisceaux qui prédomine sur le flux intra-faisceaux. De plus, les travaux de Goutianos et al. [39] ont montré que l'angle de torsion des fils est un paramètre important pour l'imprégnation de la résine car il gouverne la perméabilité des fils. Par ailleurs, les travaux de Thygesen et al. [14] ont démontré l'intérêt des composites à renfort fil. En effet, Thygesen et al. ont étudié l'imprégnation des composites à renforts fils ou fibres de chanvre et ont montré que dans le cas d'un renfort fil, le taux de porosité des composites est plus faible que dans le cas de renforts fibres de chanvre rouies ou non rouies. En effet, contrairement aux renforts fil, dans le cas de fibres, l'épiderme est encore présent totalement ou en partie. Lors de la fabrication du composite, l'imprégnation de la résine doit se faire au travers de cet épiderme et ce jusqu'aux faisceaux de fibres. Dans ce cas, l'imprégnation incomplète des faisceaux de fibres provoque une porosité plus importante dans la matrice et dans les faisceaux de fibres. Enfin, lors du processus de fabrication, la température d'étuvage doit être particulièrement contrôlée. En effet, les travaux de Hornsby et al. [94] ont montré que la contrainte à rupture et le module d'Young des fibres de lin diminuent rapidement au dessus de 200°C et qu'une détérioration de la structure des fibres survient à partir de 250°C.

III.2. Méthodes de caractérisation de l'interface

La détermination des propriétés intrinsèques de l'interface, attestant de la compatibilité fibre/matrice, peut être réalisée soit à l'aide d'essais sur des composites réels soit sur des composites modèle monofilamentaires.

Tout d'abord, les observations microscopiques sur composites complets [95] ou les méthodes d'analyses calorimétriques [96] peuvent être utiles afin de qualifier la microstructure de la zone de contact. Dans le cas de méthodes d'essais sur composites monfilamentaires, l'effet de la présence des autres fibres sur le comportement interfacial du composite est occulté. Il existe plusieurs méthodes d'essais micromécaniques de caractérisation de l'interface fibre/matrice, telles que le « pull out », le « push out », la micro ou nano indentation ou encore la fragmentation. Chacune de ces méthodes

permet d'accéder localement au comportement de l'interface fibre/matrice en quantifiant la qualité de la liaison renfort/matrice sur des composites modèles monofilamentaires. Dans le cas des fibres naturelles, une des techniques les plus utilisées est la méthode des microgouttes. Cette méthode correspond à une variante de la technique de « pull out ». Le principe consiste à extraire une fibre d'une microgoutte de polymère. Eichhorn et al. [97] utilisent cette technique pour estimer l'adhésion fibre/matrice d'un composite chanvre/époxy. Les contraintes de cisaillement interfacial obtenues dans ces travaux sont similaires dans le cas de composites chanvre/époxy ou verre/époxy. Cependant, cette technique reste assez difficile à mettre en place expérimentalement car le dépôt de la microgoutte sur la fibre est très délicat. Dans le cas d'essais sur fibres naturelles qui présentent des dispersions importantes, une mise en œuvre reproductible et accessible est nécessaire pour ne pas ajouter un facteur de dispersion supplémentaire. Les travaux de Melanitis et al. [98] ont montré que le test de fragmentation présentait notamment l'avantage d'utiliser des éprouvettes de type « dog bone » facilement réalisables qui n'engendrent pas de concentrations initiales de contraintes. De plus, ce type de test permet, grâce à la sollicitation des deux matériaux, de minimiser les effets occasionnés par la différence des coefficients de Poisson du renfort et de la matrice.

Dans notre étude, le test de fragmentation a été privilégié. Les paragraphes suivants ont pour but de discuter des possibilités et des limites de ce test et d'en présenter les applications.

III.2.1 Le Test de Fragmentation

III.2.1.1 Principe

L'essai de fragmentation consiste à solliciter en traction une éprouvette de polymère contenant une fibre unique. En pratique, lorsque la déformation augmente, la fibre se casse là où la déformation à rupture de la fibre est dépassée, or la déformation à rupture de la matrice est très supérieure à celle des fibres. La fibre subit alors des ruptures successives appelées fragmentations à chaque fois que sa déformation à rupture en traction est atteinte. La fragmentation se poursuit jusqu'à ce que les fragments atteignent une longueur critique l_c ne permettant plus au transfert de charge par cisaillement de générer des contraintes de traction suffisamment importantes pour provoquer des ruptures de fibre. La saturation est alors atteinte.

III.2.1.2 Evaluation de la qualité de l'interface fibre/matrice

Deux interprétations du processus de fragmentation sont possibles : une approche en contrainte qui sera utilisée dans ce travail ou une approche énergétique.

III.2.1.2.1. Méthodes en contrainte

Principe et hypothèse

Dans l'approche en contrainte, l'adhésion fibre/matrice est caractérisée par la contrainte critique de cisaillement interfacial notée IFSS estimée à partir de la saturation du phénomène de fragmentation. D'après les travaux précurseurs de Kelly-Tyson [99], il existe pour chaque rupture de fibre, une valeur de cisaillement maximal (IFSS) à l'interface de sorte que, si la contrainte est supérieure à cette valeur ou si il y a dépassement de la limite élastique de la matrice, la fragmentation à l'interface fibre/matrice survient (Figure 1.10).

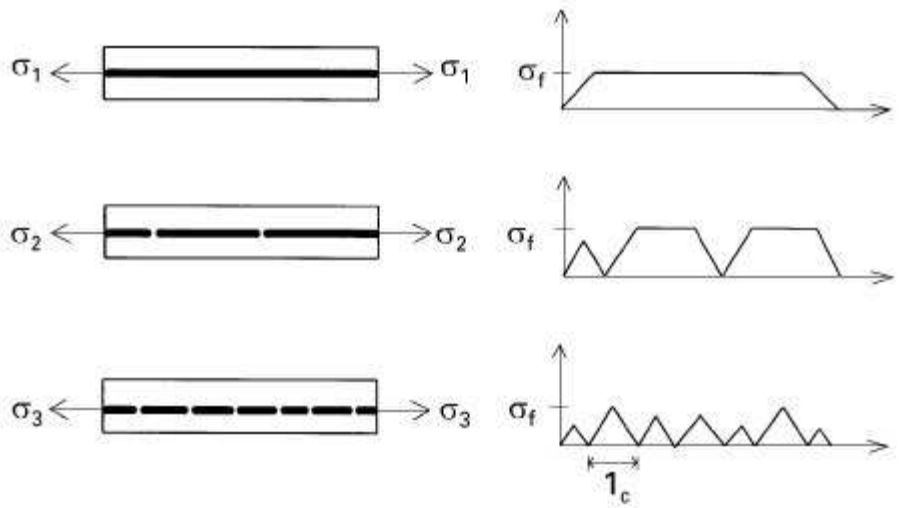


Figure 1.10: Schématisation du processus de rupture de fibre lors d'un essai de fragmentation (approche en contrainte) [100].

La valeur de IFSS est alors calculée grâce à l'équation (5) formulée par Kelly-Tyson [99] et repose sur le fait qu'à la saturation, tous les fragments sont décollés ce qui induit un état de cisaillement homogène de l'interface [100].

$$IFSS = \frac{\phi \sigma_f^{rupt}(l_c)}{2l_c} \qquad (5)$$

Avec l_c : longueur critique des fragments
Ø : diamètre de la fibre
$\sigma_f^{rupt}(l_c)$: contrainte à rupture d'une fibre de longueur l_c

Cette formulation nécessite le calcul de la longueur critique de fragmentation l_c et de la contrainte maximale atteinte par une fibre de longueur équivalente à la longueur critique $\sigma_f^{rupt}(l_c)$. Différentes approches ont été proposées pour déterminer la longueur critique l_c.

Dans l'approche de Kelly-Tyson [99], à chaque valeur de la contrainte de cisaillement interfacial correspond une valeur critique de la longueur de fibre l_c ou plus précisément une distribution de

longueurs comprises entre $l_c/2d$ et l_c/d. En effet, dans leur approche, Kelly-Tyson [99] considèrent que lorsque l'éprouvette est soumise à une déformation, tous les fragments de longueurs supérieures à l_c seront coupés en deux et ceux de longueurs inférieures à l_c ne seront pas rompus à nouveau. En définissant une longueur moyenne $\bar{l}$ sur l'ensemble des fragments et en s'appuyant sur une distribution symétrique [101], la longueur critique est définie par l'équation (6) :

$$l_c = \frac{4}{3}\bar{l} \qquad (6)$$

Dans l'approche de Beckermann et al. [102], de la même façon, les fragments de longueur inférieure à l_c /2d ou supérieure à l_c/d sont éliminés. Dans leurs travaux, Beckermann et al. émettent l'hypothèse que les fragments de longueur inférieure à $l_c/2d$ sont dus à des défauts présents dans les fibres, et que les fragments de longueur supérieure à l_c/d sont dus à un étuvage imparfait des fibres, à un alignement imparfait ou à un processus de saturation non atteint. La moyenne arithmétique de la longueur des fragments restants est alors calculée. Dans la bibliographie, il existe de nombreuses autres propositions pour le calcul de la longueur critique des fragments qui s'appuient notamment sur des approches statistiques pour définir au mieux la distribution de longueur des fragments [100].

La détermination de la contrainte à rupture de la fibre σ_f à la longueur critique l_c constitue la seconde étape de l'approche en contrainte de Kelly-Tyson. La longueur critique des fragments est faible, la donnée $\sigma_f^{rupt}(l_c)$ doit être extrapolée à partir des données expérimentales de la contrainte maximale atteinte par la fibre pour des longueurs de fibre plus grandes. De nombreux travaux s'appuient là encore sur une approche statistique [102-103]. Les travaux de El Asloun et al. [104] regroupent notamment différentes approches statistiques pour estimer la contrainte de fibres de carbone pour de faibles longueurs. Il est à noter que les travaux de Tripathi et al. [100] soulignent que l'extrapolation de $\sigma_f^{rupt}(l_c)$ est réalisée à partir de valeurs issues d'essais sur fibres dans l'air, et dont les résultats diffèrent probablement de ceux obtenus sur fibres imprégnées.

Les limites

De nombreux travaux soulignent les limites d'utilisation de l'approche en contrainte et notamment du modèle de cisaillement constant de Kelly-Tyson [98,105-106,108] . En effet, le modèle de Kelly-Tyson se base sur un champ uniforme en cisaillement à la saturation et après saturation. Or, il a été démontré dans les travaux de Melanitis et al. [98] que même à fort niveau de déformation, le champ de cisaillement à l'interface n'est pas uniforme. Les travaux de Nishakawa et al. [109] ont également montré que cette approche simplifie trop la distribution des contraintes à l'interface en négligeant les fissurations matricielles ou d'interface autour des ruptures de fibres. De plus, l'approche en contrainte se base sur le calcul des longueurs de fragments et suppose donc que le phénomène de saturation ait été atteint, ce qui peut être difficile à déterminer. Notons que certains travaux établissent que l'état de saturation correspond à une déformation à rupture de l'éprouvette trois fois supérieure à

celle de la fibre [100]. D'autre part, dans leurs travaux, Wagner et al. [108] soulignent l'impossibilité de définition de la longueur d'un fragment lorsque des décohésions surviennent. Enfin, les conclusions des travaux de Tripathi et al. [100] précisent que la mesure de la longueur des fragments n'est pas suffisante pour caractériser l'interface fibre/matrice, d'autres facteurs étant déterminants tels que la décohésion induite par la fragmentation de la fibre et la progression de cette décohésion à l'interface.
Malgré ces nombreuses limites, les travaux de Melanitis et al. [98] soulignent que l'approche de Kelly-Tyson donne de bonnes valeurs dans le cas de matrice céramique ou métallique, ou dans le cas de système fibre/matrice où l'interface est faible et où le transfert de charge se fait essentiellement par frottement.

III.2.1.2.2. Méthodes énergétiques

Dans le cas des méthodes énergétiques, les propriétés interfaciales sont approchées au moyen de modèles d'équilibre en énergie. L'énergie de rupture de l'interface est calculée dans le cas où le phénomène de fragmentation s'accompagne d'une décohésion [110]. Il existe deux possibilités pour décrire l'équilibre énergétique dans ces méthodes : soit grâce à la rupture initiale de l'interface qui survient au moment même de la première rupture de la fibre, soit à partir de la propagation d'une fissure interfaciale [110]. De nombreux modèles énergétiques ont été proposés tels que les modèles d'Outwater et Murphy, de Mullin et Mazzio ou ceux de Pigott et Di Benetto cités par Zhou et al. [110] dans leurs travaux et plus récemment le modèle de Zhou, Nairn et Wagner [110]. Nous ne détaillerons pas ces modèles car l'approche en contrainte a été préférée dans le cadre de cette thèse. Dans le cas des fibres naturelles, ces méthodes ont notamment été utilisées par Zafeiropulos et al. [111] pour évaluer différents traitements d'interface sur des composites lin/polypropylène. En effet, il faut reconnaître les avantages de l'approche énergétique qui s'affranchit de la nécessité d'aller à la saturation et utilise la présence de la décohésion pour mesurer l'adhésion interfaciale. Les principales limites résident dans la difficulté de quantifier correctement l'équilibre énergétique, qui nécessite la prise en compte de toutes les contributions à chaque étape de la décohésion et notamment l'initiation et la propagation [108]. Certains travaux soulignent ainsi la difficulté à définir certains paramètres de ces modèles énergétiques, contrairement à la facilité de mise en œuvre de l'approche en contrainte de Kelly-Tyson [112].

III.2.2 Applications diverses

De nombreux travaux ont appliqué le test de fragmentation sur des composites monofilamentaires à fibres synthétiques [113, 115-116]. En revanche, les essais de fragmentation sur composites à fibres naturelles sont peu nombreux. Les résultats présentés ici concernent les fibres naturelles libériennes qui font l'objet de cette étude ainsi que les fibres de verre pour comparaison. Le

Tableau 1.8 regroupe les différents résultats issus de la littérature caractérisant, par une approche en contrainte, la contrainte de cisaillement interfacial issue du test de fragmentation.

Dans le cas des travaux de Beckermann et al. [102], la valeur de la contrainte de cisaillement interfacial présentée dans le Tableau 1.8 concerne des fibres de chanvre traitées avec 5wt% NaOH et 2 wt% de Na_2SO_3, et la résine polypropylène a été modifiée par un agent de couplage (4wt% MaPP).

Matériau		Contrainte critique de cisaillement interfacial IFSS(MPa)	Références
Matrice	**Renfort**		
Epoxy	Fibres de verre	28 ± 2	[113]
Epoxy	Fibres de verre non calibrées	30 ± 13	[114]
	Fibres de verre calibrées	43 ± 17	[114]
Vinylester	Fibres de verre	27	[116]
Polyester	Fibres de lin	18 ± 3	[103]
Vinylester	Fibres de lin	24 ± 4	[103]
Polypropylène	Fibres de chanvre	15,4 ± 4	[102]

Tableau 1.8. Contrainte critique de cisaillement interfacial dans les composites monofilamentaires à fibres de verre, de lin et de chanvre.

Dans les travaux de Joffe et al. [103], la contrainte de cisaillement interfacial a été évaluée à partir de composites monofilamentaires lin/polyester et lin/vinylester. Les résultats de la littérature présentent des valeurs légèrement supérieures en moyenne dans le cas de composites à fibres de verre (28 ± 2 MPa à 43 ± 17 MPa) par rapport aux composites à fibres de lin ou de chanvre (15,4 ± 4 MPa à 24 ± 4 MPa). Cependant, le comportement de la matrice présente une influence sur la contrainte de cisaillement interfacial [117]. Si l'on compare les données de la littérature pour une même matrice vinylester, les contraintes critiques de cisaillement interfacial sont similaires pour les fibres naturelles et les fibres de verre avec des valeurs de 24 ± 4 MPa pour les fibres de lin [103] et de 27 MPa pour les fibres de verre [116].

La contrainte critique de cisaillement interfacial (IFSS) permet de caractériser la valeur critique en cisaillement supportée par l'interface. Cependant, afin de comprendre comment s'effectuent les transferts de charge à l'interface fibre/matrice, de nombreux travaux effectuent une modélisation du processus de fragmentation.

III.3. Modèles numériques du phénomène de fragmentation

La modélisation du phénomène de fragmentation passe par la modélisation de l'interface fibre/matrice. En effet, le comportement du composite monofilamentaire dépend des propriétés interfaciales qui déterminent le degré de transfert de charge de la matrice vers la fibre. Notamment, le nombre de fragments dépend de la grandeur IFSS (si elle est infinie, la longueur des fragments tendra alors vers zéro) et il dépend aussi de la résistance de la fibre, des fibres plus faibles conduisant à des longueurs de fragments plus petites [118]. Le phénomène de fragmentation est donc complexe à modéliser car de nombreux mécanismes d'endommagement et de rupture interviennent et

s'accompagnent de mécanismes de transfert de charge complexes (Figure 1.11). En effet, dans les composites, le transfert de charge de la fibre à la matrice peut s'effectuer élastiquement, d'une matrice élastique à une fibre élastique par une zone d'adhérence, ou plastiquement, lorsque des phénomènes de décohésions ou de plasticité de la matrice surviennent [119]. Dans leurs travaux, Andersons et al. [116], précisent l'existence de trois régions privilégiées dans les composites monofilamentaires : une zone décollée où le transfert de charge est dû au frottement, une zone de contact plastique et une zone de contact élastique. Ces travaux rejoignent ceux de Tripathi et al. [100] présentés en Figure 1.11.

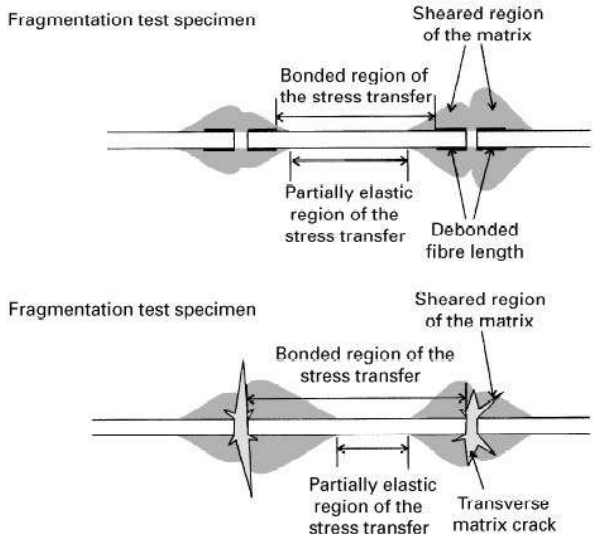


Figure 1.11 : Endommagement et transfert de charge lors du test de fragmentation [100].

Durant le chargement, la contribution de chaque mécanisme à la répartition des contraintes peut varier en fonction de la propagation des zones décollées et de l'extension des zones plastifiées.

De nombreuses études ont tenté de simuler numériquement le phénomène de fragmentation. Les travaux de Tripathi et al. [100] regroupent les conclusions des premières études par éléments finis concernant les essais de fragmentation. Très peu de travaux présentent des simulations numériques de ce test sur composites à fibres naturelles. Une étude est à noter, elle porte sur la simulation numérique non pas du phénomène de fragmentation mais des transferts de charge aux extrémités d'une fibre courte de bois imprégnée dans une matrice de polyéthylène basse densité [88]. Ces travaux comparent le modèle analytique de Cox, à une simulation numérique et à des mesures expérimentales réalisées par interférométrie speckle. Les résultats montrent que le transfert de charge ne se fait pas seulement par cisaillement le long de la fibre mais également en tension à l'interface entre les extrémités des fibres et la matrice.

La complexité de la modélisation du test de fragmentation conduit certaines études à associer le modèle numérique à des techniques expérimentales telles que la granularité laser [88], les mesures par

rayons X [120] ou des techniques de photoélasticimétrie [121]. De multiples mécanismes d'endommagement sont mis en jeu tels que les ruptures de fibres, les décohésions fibre/matrice, le cisaillement plastique de la résine ou les fissurations transverses de la résine. Ces mécanismes peuvent interagir les uns avec les autres.

La modélisation du phénomène de fragmentation pourrait se résumer très schématiquement par trois points majeurs à simuler qui témoignent de la complexité de ce phénomène :

- l'interface et le transfert de charge à l'interface,
- le processus de rupture des fibres,
- les mécanismes induits par les ruptures de fibres tels que la décohésion interfaciale ou les fissurations matricielles.

Une grande majorité des modèles numériques sont des modèles simplifiés bidimensionnels [109,118, 120-122].

Afin de prendre en compte la complexité de l'interface, de nombreux travaux matérialisent la présence d'une interphase ([109,118,120]). Dans leurs travaux sur des composites monofilamentaires SiC /Al, Davis et al. [118] ont par exemple proposé une modélisation des transferts interfaciaux en modélisant la présence d'une interphase par des éléments de type SPRING. Ces éléments permettent la définition d'une interphase parfaite de rigidité infinie, d'une interphase imparfaite dont la rigidité est finie mais dont la contrainte à rupture est infinie, ou encore d'une interphase de rigidité finie et dont la contrainte à rupture est finie et inférieure ou égale à celle de la matrice. Les travaux de Nishakawa et al. [109] modélisent le processus de fragmentation de composites SiC/époxy, en introduisant des éléments cohésifs pour modéliser l'interface. Cependant, les travaux de Hayes et al. [122] réalisés avec le logiciel ANSYS ont montré que la présence d'une interphase même de faible épaisseur affecte le transfert de charge.

Certains travaux proposent de prendre en compte des transferts de charge complexes avec des lois de comportement propres à l'interface qui intégrent le frottement. Par exemple, Rauchs et al. [120] utilisent une loi de comportement des éléments d'interface définie par une combinaison d'un transfert élastique dans les régions collées et d'un transfert par friction dans les régions de frottement. La nature de ce transfert est importante, il a notamment été montré l'importance de la plasticité qui intervient à fort niveau de déformation et modifie le développement des déformations qui contrôlent le processus de fragmentation [122].

Le processus de ruptures de fibres est la plupart du temps déclenché par un critère en contrainte ([109,118,120-121]). Pourtant les travaux de Hayes et al. [122] ont montré que le phénomène de fragmentation est très dépendant de la répartition des déformations à l'interphase. Par ailleurs, certains travaux simplifient la modélisation du processus de rupture des fibres en positionnant les ruptures de fibres au préalable ([109,118,120]). Les travaux de Nishakawa et al. [109] placent par exemple, n positions de rupture de fibres à intervalles réguliers.

Dans certains travaux, le positionnement des ruptures de fibres n'est pas postulé a priori, les fragmentations peuvent survenir là où le critère choisi est dépassé. Dans ces études, la prise en compte de ce phénomène est réalisée soit par des diminutions de rigidité [121], soit par une élimination des éléments [120] avec des processus d'automatisation complexes [121]. Dans leurs travaux, Wang et al. [121] modélisent, par exemple, le comportement en fragmentation de composites monofilamentaires carbone/époxy en couplant l'analyse numérique à la technique de photoélasticimétrie. Le processus de fragmentation est modélisé grâce au développement de subroutines dans le logiciel Abaqus. Un critère en contrainte est utilisé pour déclencher les ruptures de fibres qui sont prises en compte par une diminution de la rigidité de la fibre. L'observation de la redistribution des contraintes après rupture a permis à Wang et al. [121] de montrer que la zone induite par les ruptures de fibres est située à 45° par rapport à la direction de la fibre et se caractérise par une plus grande contrainte de cisaillement.
Enfin, certains travaux prennent en compte des conséquences de la fragmentation telles que les décohésions fibre/matrice ou les fissurations matricielles [109]. Nishakawa et al. [109] modélisent le processus de fragmentation de composites SiC/époxy. Dans leur étude, les éléments cohésifs sont introduits pour modéliser à la fois la décohésion interfaciale et les fissurations transverses de la matrice survenant lors du processus de fragmentation. Ces travaux ont montré que l'endommagement microscopique et le processus de fragmentation varient en fonction des paramètres choisis pour les éléments cohésifs de l'interface. De plus, il a été constaté que plus les décohésions sont nombreuses, plus le nombre de fragments à saturation diminue.

Les méthodes numériques de modélisation de l'interface fibre/matrice permettent de mieux comprendre comment s'articulent les transferts de charge à l'interface fibre/matrice. Dans les composites à fibres naturelles, ces transferts de charge sont particulièrement complexes et la qualité de l'interface doit souvent être optimisée par des traitements.

III.4. Optimisation de l'interface fibre/matrice par traitements chimiques des fibres naturelles

L'optimisation de l'interface fibre/matrice dans les composites à renfort fibre végétale doit être envisagée sous l'angle de l'optimisation de la mouillabilité en modifiant la composition chimique de la fibre et sous l'angle de l'optimisation de l'ancrage mécanique en améliorant la rugosité de surface des fibres. Dans le chapitre précédent, il a été souligné que certains paramètres d'extraction des fibres tels que le rouissage ou le défibrage avaient une influence sur la quantité de composés cellulosiques et non cellulosiques de la fibre ainsi que sur la surface externe de la fibre. Ces opérations constituent une première réponse pour l'optimisation de l'interface fibre/matrice dans les composites à fibres naturelles. Cependant, ces opérations ne suffisent pas pour l'élimination complète des composants non cellulosiques qui constituent un frein à la bonne mouillabilité de la résine au sein des

fibres végétales [27]. Ainsi, différents traitements des fibres peuvent être envisagés [123]. Notamment, un des traitements communément utilisé est le traitement alcalin, [6-7,27]. Le traitement alcalin des fibres naturelles induit des modifications de la composition chimique des fibres, de leur indice de cristallinité, de l'orientation et du degré de polymérisation des fibres. Il consiste à traiter les fibres avec une solution alcaline de type NaOH, une réaction de gonflement est alors provoquée durant laquelle la structure cristalline de la cellulose se relaxe [16,124].

III.4.1 Influence du traitement alcalin sur la composition chimique et la morphologie des renforts fibres naturelles

Le traitement alcalin de fibres de chanvre ou de lin induit une perte de masse qui correspond en majorité à la solubilisation des hémicelluloses ainsi qu'à l'élimination partielle de la lignine et d'autres constituants mineurs des fibres [18,125-126]. L'élimination des hémicelluloses conduit à une région interfibrillaire moins rigide et moins dense et permet un réarrangement des fibrilles de long de l'axe de la fibre [18]. L'élimination de la lignine rend la lamelle moyenne plus plastique et homogène grâce à l'élimination de microporosités alors que les cellules finales elles-mêmes ne sont que peu affectées [18]. Les fibres végétales possèdent alors une structure constituée de chaînes de cellulose plus compactes, ainsi qu'un indice de cristallinité plus élevé [18,35,125-126].

La quantité de composants non cellulosiques diminue lorsque la concentration en soude augmente [125]. Cependant, la soude ne dissout pas tous les constituants présents dans les fibres végétales et notamment ne dissout pas en totalité la lignine et la pectine [18,125]. En effet, si les travaux de Aziz et al. [96] sur des fibres de chanvre ont montré que les traitements alcalins, par une solution de soude concentrée à 6 wt% durant 48 heures, n'induisaient pas d'endommagement des parois cellulaires des fibres, les travaux de Wang et al. [16] ont montré en revanche que des pré-traitements, par une solution de soude concentrée à 12 wt% durant 2 heures, permettaient de diminuer la taille des faisceaux de fibres de chanvre. Malgré tout, les travaux de Mwaikambo et al. [18] ont montré que, même après un traitement à la soude concentrée à 16 wt% de NaOH, les faisceaux de fibres de chanvre ne sont pas complètement séparés en fibres individuelles.

Le retrait de l'hémicellulose et de la lignine influence également les propriétés de sorption des fibres de chanvre [34,125]. Les travaux de Kostic et al. [125] ont montré que la rétention d'eau est plus faible dans les fibres de chanvre traitées à cause des changements structuraux de la fibre et notamment à cause de l'élimination des composants non cellulosiques qui absorbent facilement l'eau.

Enfin, le traitement alcalin s'accompagne de modifications de la surface des fibres. En effet, grâce aux traitements alcalins, la surface des fibres traitées est nettoyée des traces d'huile et de cire présentes sur les fibres non traitées et la rugosité de surface des fibres traitées est augmentée[16,96,126-128]. Notamment, Mwaikambo et al. [18] observent une surface irrégulière avec de petites fibrilles sortant de la surface.

Ces traitements alcalins ont également une influence sur les propriétés mécaniques des fibres.

III.4.2 Influence du traitement alcalin sur les propriétés mécaniques des fibres et des composites à renforts fibres naturelles

Différentes études ont caractérisé l'influence des traitements alcalins sur les propriétés mécaniques des fibres de lin et de chanvre en fonction du temps de traitement (Tableau 1.9) ou de la concentration en soude (Tableau 1.10).

Matériaux	Temps (min)	Traitement (fraction massique)	E (MPa)	Contrainte à rupture (MPa)	Références
Lin	0	NaOH 1wt%	-	1280	[37]
	30		-	1200	
	60		-	1050	
Lin	0	NaOH 3 wt%	66190 ± 22230	1632 ± 932	[128]
	10		68150 ± 17470	1188 ± 461	
	20		64320 ± 44200	1112 ± 702	
	30		51510 ± 24900	722 ± 455	
Fibres de chanvre	0	NaOH 10 wt%	-	607 ± 210	[35]
	15		-	664 ± 208	
	45		-	677 ± 187	

Tableau 1.9. Influence du temps de traitement alcalin sur les propriétés mécaniques de fibres de lin et de chanvre.

Les travaux de Baley et al. [37] présentés dans le Tableau 1.9 ont été réalisés sur des fibres de lin de 20µm de diamètre traitées avec une solution de soude à 1 wt%. Ces travaux montrent que pour une même concentration en soude, lorsque l'on augmente la durée du traitement à 30 minutes ou 60 minutes, la contrainte à rupture des fibres de lin diminue. Les travaux de Symington et al. [128] sur des fibres de lin traitées avec une solution de soude à 3 wt% sont en accord avec les résultats de Baley et al. En effet, Symington et al. [128] montrent que lorsque l'on augmente la durée du traitement à 10, 20 ou 30 minutes, le module d'Young et la contrainte à rupture des fibres de lin diminuent. En revanche, les travaux de Pickering et al. [35] sur des fibres de chanvre traitées avec une solution de soude à 10 wt%, ne montrent pas la même évolution. En effet, dans ces travaux, compte tenu des dispersions, aucune évolution de la contrainte n'est constatée lorsque l'on augmente la durée de traitement à 15 ou 45 minutes. Cependant, cette différence peut provenir du traitement sévère utilisé (concentration de soude atteignant les 10 wt%). De nombreux autres paramètres peuvent également intervenir tels que la tension des fibres durant le traitement ou les additifs utilisés [38]. Les travaux de Baley et al. [37] ont notamment montré que les mêmes traitements utilisés sur des fibres de diamètres 30 µm n'induisaient aucune modification de la contrainte à rupture. Le Tableau 1.10 regroupe les données sur les fibres de chanvre concernant l'influence de la concentration en NaOH.

Dans leurs travaux, Mwaikambo et al. [18] ont réalisé des traitements sur des faisceaux de fibres de chanvre avec des concentrations en NaOH variant de 0,03 wt% à 16 wt%. Ces travaux montrent que le module d'Young et la contrainte à rupture des faisceaux de fibres augmentent jusqu'à une certaine concentration (0,2 wt% NaOH) puis diminuent. Park et al. [129] ont réalisé des traitements alcalins avec une solution de soude à 0,5 wt% et montrent une diminution du module d'Young. Ces résultats sont en accord avec les travaux de Mwaikambo et al., qui préconisaient de ne pas dépasser 0,2 wt%.

Les travaux de Mwaikambo et al. [18] ont également montré que les fibres traitées par une solution alcaline présentent des profils de rupture différents. Ces différences sont associées à une élimination des points faibles et à une distribution uniforme des cristallites grâce aux traitements alcalins induisant une contrainte distribuée uniformément dans la fibre.

Matériaux	Fraction massique wt (%)	Temps de traitement (min)	Grandeur		Références
			E (MPa)	Contrainte à rupture (MPa)	
Faisceaux de fibres de chanvre	0	Instantanné	37480 ± 3440	594 ± 105	[18]
	0,03		26720 ± 3013	603 ± 71	
	0,08		30740 ± 4170	650 ± 97	
	0,16		64880 ± 4750	916 ± 141	
	0,24		58140 ± 3790	1074 ± 185	
	0,32		39940 ± 3550	969 ± 117	
Fibres de chanvre	0	45	-	607 ± 210	[35]
	10		-	677 ± 187	
	15		-	532 ± 137	
Fibres de chanvre	0	120	143000 ± 27600	2140 ± 504	[129]
	0,5		131900 ± 44900	2230 ± 563	

Tableau 1.10: Influence de la concentration du traitement alcalin sur les propriétés mécaniques de fibres de chanvre.

Dans la littérature, on ne trouve que très peu d'études présentant les conséquences du traitement alcalin sur les propriétés mécaniques des composites à fibres longues naturelles. Les travaux de Van de Weyenberg [124] sur des composites lin/époxy traités avec des solutions de soude de 1 wt% à 3 wt% ont montré que les traitements alcalins augmentaient les propriétés longitudinales et transverses en flexion des composites. Dans ces travaux, le traitement NaOH 1 wt% permet d'optimiser les modules en flexion ainsi que la contrainte à rupture transverse en flexion. Cependant, la contrainte à rupture longitudinale en flexion est optimale pour un traitement NaOH à 3 wt%. Enfin, les travaux de Baley et al. [37] sur des composites unidirectionnels lin/époxy ont montré que les traitements à la soude de concentration volumique 10g/l augmentent la contrainte à rupture des composites unidirectionnels lin/époxy. Concernant le chanvre, Aziz et al. [96] étudient le comportement en flexion de composites unidirectionnels chanvre/polyester à fibres longues traitées par une solution de NaOH à 6 wt%. Une augmentation du module en flexion et de la contrainte à rupture en flexion a été constatée après traitement.

Dans notre étude, deux traitements des tissus de chanvre ont été mis en place : un traitement à l'hydroxyde de sodium ainsi qu'un traitement couplé «hydroxyde de sodium + peroxyde d'hydrogène».

Bilan sur l'état de l'art

Les composites à fibres naturelles sont en pleine expansion. Notamment les enjeux environnementaux liés à l'utilisation des fibres naturelles par rapport aux fibres de verre sont nombreux. D'un point de vue mécanique, les renforts tissus pourraient constituer une solution compétitive pour répondre à des sollicitations croisées. Cependant, il existe encore peu d'études traitant de composites à renforts longs de chanvre (fils ou tissus). La microstructure complexe de ces matériaux à renforts tissus s'ajoute à celle du matériau naturel lui même. L'évaluation et l'optimisation du potentiel de ces matériaux nécessitent d'étudier chacune des différentes échelles, de la botanique à la mécanique. De plus, la variabilité importante dans ces matériaux doit être quantifiée et prise en compte. D'autre part, il est nécessaire de comprendre les mécanismes d'endommagement de ces matériaux pour être en mesure de concurrencer les composites à fibres de verre. Pour cela, de nombreuses méthodes directes ou indirectes existent. Dans cette étude, les observations microscopiques seront couplées à la technique d'émission acoustique et au suivi de la perte de rigidité pour analyser les mécanismes d'endommagement dans les matériaux étudiés. Par ailleurs, l'efficacité du renforcement réside dans la capacité à obtenir une adhésion fibre/matrice de qualité. De nombreuses méthodes existent pour caractériser cette interface fibre/matrice. Notamment, le test de fragmentation permet d'obtenir la contrainte critique de cisaillement interfacial qui fournit une information sur la qualité de l'interface fibre/matrice et peut permettre de guider l'optimisation de l'interface dans ces matériaux. Pour les composites à fibres naturelles, cette optimisation est la plupart du temps réalisée au moyen de traitements alcalins qui modifient la composition chimique et la structure des fibres et peuvent influer sur leurs propriétés mécaniques.

PARTIE 2 : TECHNIQUES UTILISEES ET MICROSTRUCTURE DES MATERIAUX ETUDIES

Chapitre I. Techniques et instrumentations utilisées - 53 -

I.1. Techniques de caractérisation de la microstructure ..... - 53 -

I.1.1 Observations microstructurales ..... - 53 -

I.1.2 Calorimétrie différentielle ..... - 55 -

I.1.3 Densimétrie ..... - 57 -

I.2. Essais mécaniques ..... - 58 -

I.2.1 Fils et faisceaux de fibres ..... - 58 -

I.2.2 Tissu ..... - 61 -

I.2.3 Résine et composite ..... - 63 -

I.3. Essais mécaniques de caractérisation de l'interface ..... - 65 -

I.3.1 Géométrie des éprouvettes ..... - 65 -

I.3.2 Préparation des échantillons ..... - 66 -

I.3.3 Protocole expérimental ..... - 67 -

I.3.4 Grandeurs mesurées ..... - 67 -

I.4. Méthodes de dépouillement spécifiques ..... - 68 -

I.4.1 Photoélasticimétrie ..... - 68 -

I.4.2 Mesures des déformations par intercorrélation d'images numériques ..... - 70 -

I.4.3 Technique d'émission acoustique ..... - 73 -

I.4.4 Traitement par analyses statistiques ..... - 76 -

Chapitre II. Description de la microstructure des matériaux étudiés et optimisation de la mise en forme des composites. - 83 -

II.1. Les différentes échelles de la microstructure ..... - 83 -

II.1.1 Echelle de la fibre ..... - 83 -

II.1.2 Echelle du fil ..... - 86 -

II.1.3 Echelle du pli ..... - 90 -

II.1.4 Echelle du composite ..... - 93 -

II.2. Optimisation des procédés de fabrication ..... - 95 -

II.2.1 Techniques de mise en forme ..... - 96 -

II.2.2 Optimisation du cycle de polymérisation ..... - 100 -

Chapitre I. Techniques et instrumentations utilisées

L'objectif dans ce chapitre est de présenter l'ensemble des techniques et instrumentations utilisées. Les techniques de caractérisation de la microstructure seront tout d'abord décrites puis les essais mécaniques et enfin les méthodes de dépouillement spécifiques seront présentées.

I.1. Techniques de caractérisation de la microstructure

I.1.1 Observations microstructurales

I.1.1.1 Microscopie optique

Les mesures de diamètres et les observations de coupes transversales ou de tranches de composites après polissage ont été réalisées à l'aide d'une binoculaire Leica Microsystems (grossissement jusqu'à six fois) et d'un microscope optique de Reichert-Jung (grossissement jusqu'à 1000 fois). Ces deux dispositifs sont équipés du logiciel de prise d'images IM 50. La technique de polissage (vitesse de rotation et durée selon granulométrie) a été adaptée et optimisée pour nos matériaux.

I.1.1.2 Microscopie électronique

Dans cette étude, un microscope électronique à balayage Jeol 6400 a été utilisé pour la caractérisation des faciès de rupture. La tension d'accélération du faisceau utilisée est de 5 kV à 8 kV pour les matériaux composites et le diaphragme objectif est de 30µm. La distance de travail permettant les observations est comprise entre 5mm et 40mm selon la zone étudiée. Les échantillons ont été préalablement métallisés au moyen d'un métalliseur Cressing « 108 AUTO » qui réalise le dépôt d'un film d'or sur la surface de l'échantillon. Une étude préalable a permis de fixer le temps de

métallisation à 30 s et l'ampérage à 40 mA pour un dépôt d'épaisseur optimale. L'ensemble des faciès de rupture a été analysé sur de larges gammes de grandissement à la recherche d'éléments sur le processus de rupture ou sur l'endommagement. Les vues complètes des faciès de rupture ont été reconstruites par traitement d'images grâce au logiciel Photoshop et quelques exemples sont présentés en Annexe I.

Par ailleurs, certaines images ont également été réalisées au microscope électronique en transmission sur des lames minces de composites chanvre/époxy afin d'obtenir des grossissements plus importants [130].

I.1.1.3 Microtomographie à tube RX

I.1.1.3.1. Principe

La microtomographie RX permet de créer une représentation tridimensionnelle d'un objet et de visualiser sa structure interne. Des rayons X traversent l'échantillon, positionné sur une platine motorisée, qui tourne selon une rotation et un pas angulaire prédéfinis par l'utilisateur. Le rayonnement transmis après la traversée du matériau soumis au faisceau de rayons X est enregistré, à intervalle angulaire régulier et sous la forme de radiographies. Ces données permettent une reconstruction mathématique d'une section et/ou d'un volume numérique de l'échantillon qui a pour but de corriger et d'améliorer le signal enregistré lors de l'acquisition. Après reconstruction, une cartographie tridimensionnelle en niveaux de gris des variations locales d'absorption du rayonnement X au sein de l'échantillon est obtenue.

I.1.1.3.2. Applications et paramètres d'essais

Dans cette étude, un Tomographe Viscom X8050 équipé d'une caméra 1004 pixels x 1004 pixels appartenant au laboratoire Hydrasa de l'Université de Poitiers a été utilisé pour l'analyse des endommagements au sein d'un composite verre/époxy. Une demi-éprouvette comprenant à son extrémité supérieure le faciès de rupture est placée dans le tomographe. Le pas angulaire choisi est de 0,25 ce qui représente 1440 radiographies sur 360°. Une fois obtenues, les radiographies sont traitées avec le logiciel ImageJ v.1.42 développé par le National Institutes of Health. Le volume final des images est reconstruit sous le logiciel DigiCT v.2.3.3 (société DIGISENS). La taille du Voxel est de 26.6 μm^3 [131]. La visualisation 3D du composite s'effectue avec le logiciel Avizo v.5.0 (Mercury Computer Systems Inc.) à partir des coupes générées. Le volume est produit en utilisant le module Voltex d'Avizo v.5.0. Les premières images réalisées sur les composites chanvre/époxy ne sont pas concluantes et ne seront donc pas présentées ici. Cependant, les visualisations obtenues sur les composites verre/époxy sont présentées en Annexe II.

I.1.2 Calorimétrie différentielle

I.1.2.1 Principe

L'analyse enthalpique différentielle (DSC) permet d'identifier les phénomènes endothermiques et exothermiques survenant lors de transformations ou d'évolutions structurales du matériau. Cette technique expérimentale est basée sur la mesure, par des dispositifs thermoélectriques, de la différence de température qui s'établit entre le matériau étudié et une référence contenus dans deux creusets distincts. Les thermogrammes obtenus délivrent l'évolution du flux de chaleur massique en fonction de la température. Lorsqu'un matériau subit une réaction de transformation sous l'effet d'un programme de chauffage ou de refroidissement, le flux de chaleur dH/dt mesuré s'exprime en fonction de C_p la capacité calorifique de l'échantillon et de dT/dt la vitesse de chauffe ou de refroidissement (7).

$$\frac{dH}{dt} = C_P \frac{dT}{dt} + f(t,T) \qquad (7)$$

où f(t,T) est le flux de chaleur cinétique

Dans cette étude, les thermogrammes obtenus permettront de mesurer la température de transition vitreuse T_g. La transition vitreuse représente, pour la phase amorphe d'un polymère, le passage de l'état vitreux à mobilité localisée ($T < T_g$) à l'état caoutchoutique, à mobilité coopérative ($T > T_g$). Cette transition est réversible. Le saut de capacité calorifique associé à la transition vitreuse se traduit alors par un saut de flux de chaleur sur le thermogramme.

I.1.2.2 Applications et paramètres d'essais

L'appareil utilisé est la DSC Modulée 2920 de chez TA Instruments. Deux capsules sont posées sur deux disques de chromel auxquels sont associés des thermocouples chromel/alumel. Une des capsules est vide et sert de référence, l'autre contient l'échantillon à analyser possédant une masse comprise entre 10 mg et 20 mg. Les capsules utilisées sont en aluminium et sont serties préalablement à l'analyse. La quantité d'énergie absorbée ou dégagée par l'échantillon est déterminée à partir de la différence de température entre l'échantillon et la référence, mesurée à un instant donné par les thermocouples chromel/alumel. Une fois l'acquisition effectuée, l'évolution du flux de chaleur massique en fonction de la température est obtenue.

Des échantillons de résine pure et de composite chanvre/époxy, lin/époxy et verre/époxy ont été testés. Dans le cas des composites, deux zones de prélèvements ont été définies, en surface pour les « échantillons peau » et à coeur du composite pour les « échantillons cœur ».

La procédure employée est la même pour l'ensemble des matériaux :

- refroidissement du matériau jusqu'à -20°C
- isotherme d'une minute à -20°C

- chauffage à 10°C/min jusqu'à 170°C
- isotherme d'une minute à 170°C
- refroidissement à 10°C/min jusqu'à -20°C
- isotherme d'une minute à -20°C
- chauffage à 10°C/min jusqu'à 170°C.

La régulation en température en dessous de l'ambiante ainsi que les refroidissements sont assurés par l'utilisation de l'azote liquide.

I.1.2.3 Reproductibilité et dispersion des essais effectués

La DSC Modulée 2920 de chez TA Instruments fournit une précision machine de ±0,5°C. Afin de connaître la précision dans le cas de notre matériau, des essais de reproductibilité ont préalablement été effectués sur des éprouvettes prélevées dans une même plaque ainsi que sur des éprouvettes d'un même matériau prélevées dans des plaques différentes.

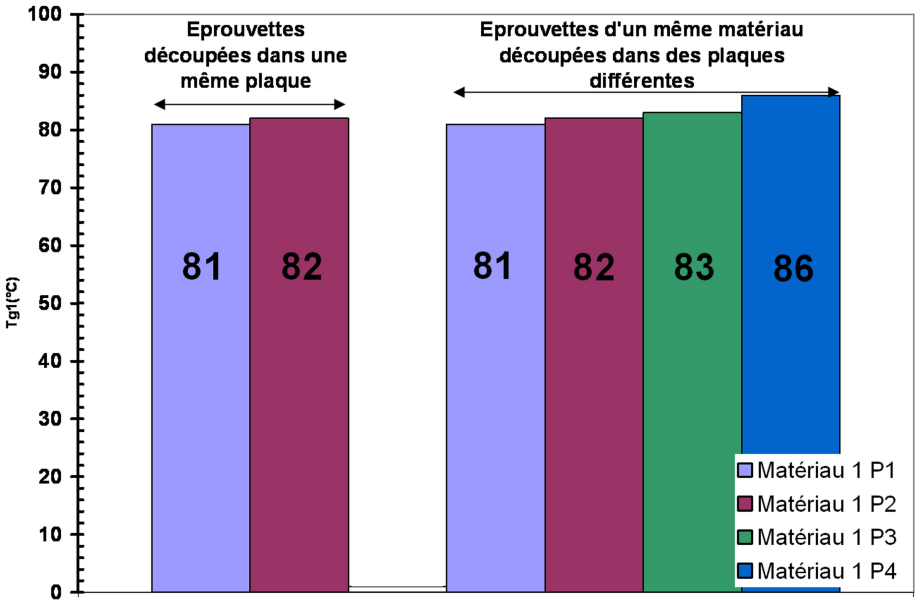


Figure 2.1 : Reproductibilité et dispersion des résultats obtenus pour les T_g de composites chanvre/époxy.

Les résultats (Figure 2.1) montrent une dispersion de ±1°C pour des éprouvettes d'une même plaque et de ±3°C pour des éprouvettes d'un même matériau prélevées au sein de plaques différentes. Ces dispersions, liées notamment au processus de fabrication des matériaux, seront prises en compte dans la discussion des résultats obtenus.

I.1.3 Densimétrie

Deux procédures de mesure de la densité D des échantillons de résine seule ou de composite ont été confrontées dans ce travail, la mesure « géométrique » et la mesure basée sur le principe d'Archimède.

I.1.3.1 **Mesure « géométrique »**

Il s'agit dans ce premier cas de mesurer le volume $V_{éch}$ d'une éprouvette de composite ou de résine, et sa masse $M_{éch}$ par pesée au moyen d'une balance hydrostatique SARTORIUS YDK01. La masse volumique du composite $\rho_{éch}$ est alors calculée au moyen de l'équation (8) :

$$D_{éch} = \frac{\rho_{éch}}{\rho_{eau}} = \frac{M_{éch}/V_{éch}}{\rho_{eau}} \qquad (8)$$

où ρ_{eau} correspond à la masse volumique de l'eau.

Les mesures géométriques des échantillons de composites ont été effectuées au moyen d'un pied à coulisse électronique de précision 0,02mm sur 100mm.

I.1.3.2 **Mesure « Archimède »**

I.1.3.2.1. Principe de la mesure

Le principe de la mesure dans ce cas est basé sur la poussée d'Archimède : Tout solide immergé subit une force de poussée d'intensité égale au poids de fluide déplacé par le volume du solide. Le solide est pesé dans l'air, puis dans un autre fluide, qui sera ici de l'eau. La densité est alors calculée grâce à l'équation (9).

$$D = D_{air} + \frac{M_a \times D_{eau}}{A \times (M_a - M_e)} \qquad (9)$$

avec :
- *D : densité de l'échantillon*
- *M_a : masse du solide dans l'air*
- *M_e: masse du solide dans l'eau*
- *D_{air} : densité de l'air*
- *D_{eau} : densité de l'eau*
- *A : terme correctif prenant en compte la poussée d'Archimède exercée sur le montage*

I.1.3.2.2. Dispositif expérimental et paramètres d'essais

Le dispositif expérimental est une balance hydrostatique SARTORIUS YDK01 (Figure 2.2) mesurant la masse à 10^{-5} grammes près. Le dispositif se compose d'un bécher rempli d'eau déminéralisée qui repose sur un trépied et d'un système support/nacelle qui repose sur la balance.

L'échantillon étudié est placé sur le plateau supérieur du module suspendu pour mesurer la masse M_a du solide dans l'air, puis, dans ou sous la nacelle, selon s'il flotte ou non, pour la mesure M_e de la masse du solide dans l'eau.

Figure 2.2 : Dispositif expérimental pour la mesure de densité.

Ces deux techniques de mesure de densité ont été comparées pour les composites chanvre/époxy. En effet, le comportement hydrophile des fibres de chanvre aurait pu conduire à une erreur de mesure par la méthode « Archimède ». Cependant, les résultats obtenus ont montré que ces deux méthodes donnent les mêmes valeurs de densité pour les composites chanvre/époxy.

I.2. Essais mécaniques

I.2.1 Fils et faisceaux de fibres

I.2.1.1 Principe et paramètres d'essais

- Les échantillons de faisceaux de fibres possèdent une longueur utile variant de 15 à 25 mm. Chaque faisceau a été sélectionné pour se situer dans une gamme de diamètre variant de 90 à 210µm. Les mesures de diamètre ont été réalisées à cinq endroits le long de la longueur utile du faisceau par microscopie optique.
- Les échantillons de fils de chanvre et de lin possèdent une longueur utile variant de 15 à 17 mm. La section de chaque fil, supposée circulaire, a été déterminée à partir de son diamètre moyen évalué en réalisant cinq mesures sur la longueur utile du fil par microscopie optique.
- Les échantillons de fils de verre possèdent une longueur utile de 70 mm. Les diamètres des fils de verre sont calculés à partir de la donnée du nombre de fibres contenues dans un fil de façon à déterminer le module d'Young de la fibre de verre.

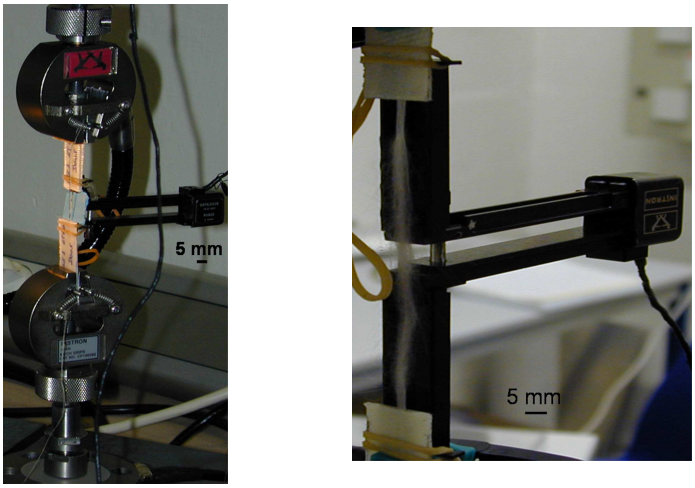
Pour assurer le maintien des échantillons dans les mors, des talons rectangulaires en composite verre/époxy sont collés (grâce à une colle pour plastique) à chaque extrémité des faisceaux de fibres de chanvre et des fils de verre, de lin et de chanvre (Figure 2.3).

Figure 2.3 : Eprouvette de fil de chanvre.

Les faisceaux de fibres de chanvre ainsi que les fils de lin et de chanvre ont été testés sur la machine INSTRON E1000 Electropuls équipée de mors plats auto-serrants et d'une cellule de force de 250 N. Les fils de verre ont été testés sur la machine INSTRON 4505 équipée de mors hydrauliques. Pour maintenir une vitesse de déformation équivalente, les essais de traction sont pilotés en vitesse de déplacement de traverse à 0,5mm/min pour les faisceaux de fibres et les fils de lin et de chanvre, et à 2,33mm/min pour les fils de verre.

I.2.1.2 Mesure de la déformation par extensométrie conventionnelle

Un extensomètre à couteaux INSTRON n° 620 présentant, dans sa configuration basique, une longueur de base 12,5 mm avec une extension de ± 5 mm est utilisé pour la mesure de l'allongement. Son utilisation sur les fils de lin et de chanvre demande l'adjonction d'une rallonge de 12,5 mm convertissant l'extensomètre à une base 25 mm ± 5 mm. Une utilisation adaptée aux fils de verre avec deux rallonges de 37,5 mm transforme celui-ci en une base 87,5mm ± 5 mm (Figure 2.4).
L'extensomètre ne peut pas être positionné directement sur les fils car il engendre une rupture du fil, les lames de l'extensomètre ont donc été placées sur les talons en composite verre/époxy dont la déformation est négligeable devant celle des éprouvettes.



(a) **(b)**

Figure 2.4 : Essai de traction sur fil de chanvre (a) ou de verre (b) avec montage de l'extensomètre à couteaux.

Les courbes contrainte-déformation obtenues grâce à l'utilisation d'un extensomètre ont été comparées à celles obtenues à partir du déplacement de la traverse. Les modules d'Young calculés à partir de ces deux types de courbes sont très proches et sont contenus dans la variation détectée d'une éprouvette à l'autre. Les courbes obtenues à partir du déplacement traverse seront donc exploitées par la suite.

1.2.1.3 Détermination des grandeurs caractéristiques

Lors d'un essai sur faisceaux de fibres de chanvre ou sur fils de lin ou de chanvre, le déplacement traverse et la force appliquée sont enregistrés. Ces données permettent de construire la courbe contrainte-déformation (Figure 2.5)

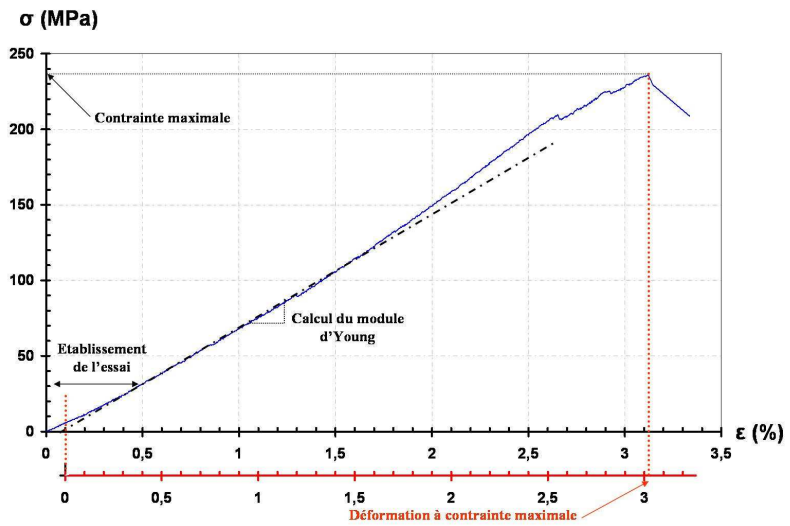


Figure 2.5 : Courbe contrainte-déformation (traverse) d'un fil de chanvre.

La contrainte est définie par le rapport de la force sur la section des faisceaux ou des fils. Les sections des faisceaux de fibres ou des fils sont supposées circulaires, la contrainte σ est alors définie par l'équation (10).

$$\sigma = \frac{F}{\pi\left(\frac{\phi}{2}\right)^2} \qquad (10)$$

Avec F la force
ϕ le diamètre des faisceaux de fibres ou des fils

Les courbes contrainte-déformation des fils présentent plusieurs phases : un pied de courbe, représentant le temps d'établissement de l'essai puis une partie linéaire à partir de laquelle on évalue le module d'élasticité. La contrainte maximale et la déformation à contrainte maximale seront également identifiées à partir de ces courbes comme indiqué sur la Figure 2.5.
Pour chaque type de matériau naturel, un grand nombre d'essais ont été effectués. La statistique de Weibull a été utilisée pour déterminer la contrainte maximale et la déformation à contrainte maximale. Cette analyse statistique a été complétée par des distributions de Laplace-Gauss permettant d'estimer le diamètre ainsi que le module d'Young moyens des faisceaux ou des fils. Ces procédures sont explicitées au paragraphe I.4.4.

I.2.1.4 Influence de la présence de talons

L'influence de la présence des talons en composite verre/époxy sur les propriétés mécaniques du fil a été évaluée (Tableau 2.1).

Fil de chanvre	E (MPa)	σ_{max} (MPa)	$\varepsilon_{\sigma\ max}$ (%)
avec talons	10551 ± 747	202 ± 19	2,00 ± 0,10
sans talon	10243 ± 1452	171 ± 60	1,79 ± 0,40

Tableau 2.1. Propriétés mécaniques des fils de chanvre soumis à une traction avec ou sans la présence de talons.

Les caractéristiques mécaniques, module d'Young, contrainte maximale et déformation à contrainte maximale diffèrent légèrement lors de l'utilisation de talons. Cependant, compte tenu des dispersions importantes obtenues sur ces grandeurs dans tous les essais mécaniques réalisés sur fils, les données présentées dans le Tableau 2.1 permettent de conclure qu'il n'existe pas d'influence significative de la présence des talons sur les caractéristiques mécaniques en traction. Cette préparation de l'éprouvette qui facilite l'essai peut donc être mise en place pour les essais sur fils et sur faisceaux de fibres.

I.2.2 Tissu

Les éprouvettes de tissus de chanvre, orientées dans le sens chaîne, ont été testées sur la machine INSTRON 4505 équipée de mors hydrauliques (Figure 2.6).

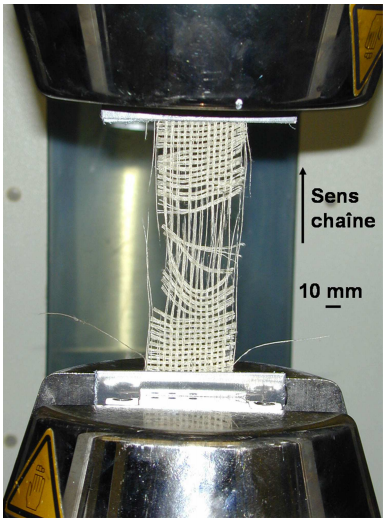


Figure 2.6 : Dispositif expérimental d'essai sur tissu de chanvre.

Des plaques d'aluminium placées à chaque extrémité des éprouvettes de tissus et serrées à une pression de 100 bars dans les mors hydrauliques permettent d'éviter tout glissement durant l'essai. Les essais de traction sont pilotés en vitesse de déplacement de traverse à 0,5mm/min. Des rampes de traction directes à rupture sont imposées aux éprouvettes de tissus. Les mesures de la déformation ont été réalisées à partir du déplacement traverse. Les sections utilisées correspondent à la dimension totale de la pièce de tissu (vide inclus). Des essais de traction ont été menés sur des éprouvettes de tissus avec une largeur de 42 mm et deux tailles de longueurs utiles distinctes 80 mm et 160 mm, pour caractériser l'influence du facteur d'échelle sur les caractéristiques mécaniques du tissu et déterminer une taille d'éprouvette qui sera ensuite adoptée pour tous les essais sur tissus. Les courbes obtenues sont présentées dans la Figure 2.7 et les paramètres mécaniques obtenus dans le Tableau 2.2.

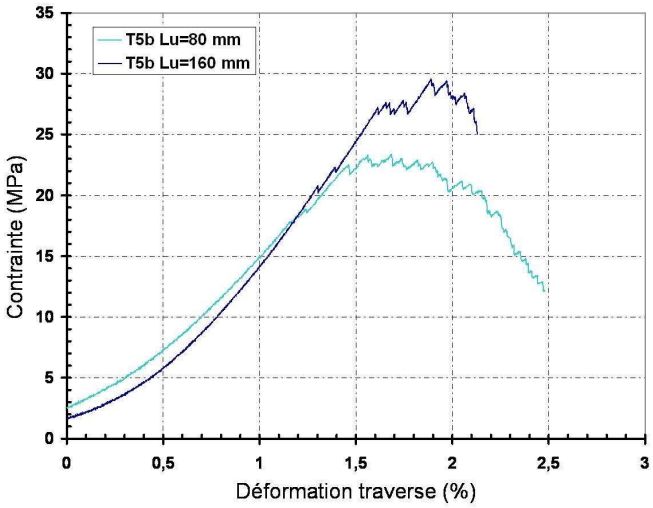


Figure 2.7: Essai de traction sur éprouvette de tissu de chanvre de tailles différentes.

Longueurs utiles des éprouvettes de tissus	$E_{traverse}$ (MPa)	σ_{max} (MPa)	$\varepsilon_{trav}^{rupt}$ (%)
Lu=160mm	1942 ± 450	28,4 ± 0,5	1,7 ± 0,1
Lu=80mm	1229 ± 420	22,5 ± 0,5	1,98 ± 0,05

Tableau 2.2. Caractéristiques mécaniques des éprouvettes de tissus de chanvre de tailles différentes.

La Figure 2.7 montre que l'allure générale de la courbe contrainte-déformation reste assez similaire quelle que soit la taille de l'échantillon de tissu. Cependant, le module d'Young et la contrainte maximale sont plus faibles pour l'éprouvette de plus petite taille (Tableau 2.2). La mise en place de l'éprouvette dans les mors suggère cependant de conserver la plus petite taille d'éprouvette. En effet, plus la longueur utile est importante, plus il est difficile de réaliser une tension homogène de l'éprouvette. Les éprouvettes présentant une longueur utile plus faible ont donc été utilisées pour toutes les analyses suivantes ; il convient tout de même de rappeler que ces comparaisons ne seront valables que pour un même type d'éprouvette étant donnée l'influence non négligeable du facteur d'échelle.

I.2.3 Résine et composite

I.2.3.1 Géométrie des éprouvettes

La géométrie des éprouvettes de résine correspond à la norme ISO NF T 51-034 [132] (Figure 2.8 et Tableau 2.3). Dans le cas des composites, des éprouvettes parallélépipédiques ont été utilisées afin d'éviter l'endommagement des tissus lors de la découpe des congés (Figure 2.9 et Tableau 2.3).

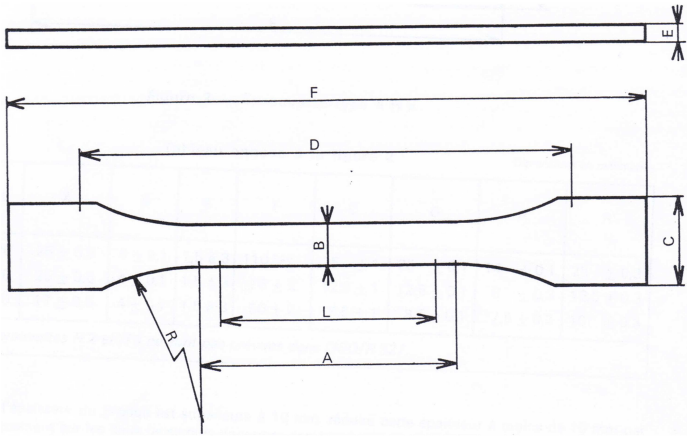


Figure 2.8 : Eprouvette normalisée de résine.

Matériau	Données en mm							
	L	A	B	E	F	C	D	R
Résine	50 ± 0,5	60 ± 0,5	10 ± 0,5	3,7 ± 0,3	≥ 150	20 ± 0,5	115 ± 3	≥60
Composite	/	/	/	de 2,5 ± 0,2 à 2,9 ± 0,2 selon composites	≥150	20 ± 0,5	/	/

Tableau 2.3. Dimensions des éprouvettes de résine et de composites.

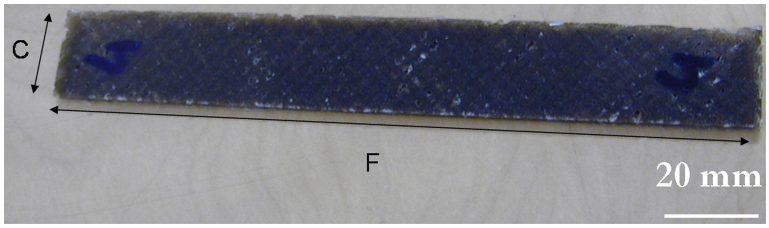


Figure 2.9 : Eprouvette de composite.

I.2.3.2 Paramètres d'essais

Les éprouvettes de résine et de composites sont soumises à des tractions uniaxiales sur une machine de traction de type INSTRON 4505 équipée d'une cellule de force de 100kN et de mors hydrauliques. La machine est asservie en vitesse de déplacement de traverse à 0,5mm/min. Du papier de verre à 80g/m² placé à chaque extrémité des éprouvettes accompagné d'un serrage des mors hydrauliques à une pression de 100 bars permettent d'empêcher tout glissement durant l'essai tout en évitant un écrasement de l'éprouvette. La mesure du déplacement est effectuée grâce à un extensomètre à couteaux INSTRON n° 620 de longueur de base 12,5 mm avec une extension de ± 5 mm. L'extensomètre est placé au centre des éprouvettes pour des longueurs utiles respectives des éprouvettes de résine et de composites de 60 ± 5 mm et de 100 ± 5 mm.

I.2.3.3 Détermination de grandeurs caractéristiques

Le module d'Young E des éprouvettes de résine et des composites $[0/90]_7$ et E_{45} des composites $[+45/-45]_7$ ont été respectivement mesurés à partir de la pente de la partie élastique de la courbe contrainte σ_{xx} - déformation ε_{xx} d'un essai de traction avec x axe de traction. Pour construire cette courbe, l'allongement a été mesuré au moyen d'un extensomètre à couteaux retiré avant la fin de l'essai pour éviter l'endommagement de l'éprouvette par les lames de l'extensomètre. De plus, différents essais avec ou sans extensomètre ont été réalisés. La déformation à rupture notée $\varepsilon_{trav}^{rupt}$ des éprouvettes de résine et des composites $[0/90]_7$ et $[+45/-45]_7$ a été calculée à partir de la donnée du déplacement de la traverse.

Des essais de traction avec chargements répétés progressifs (CRP) ont également été effectués avec la machine INSTRON 4505 sur des éprouvettes de résine seule ainsi que sur des composites $[0/90]_7$ ou $[+45/-45]_7$. Pour quantifier l'évolution de l'endommagement, l'indicateur d'endommagement d basé sur la mesure du module sécant après chaque recharge (Figure 2.10) a été déterminé grâce à l'équation (4).

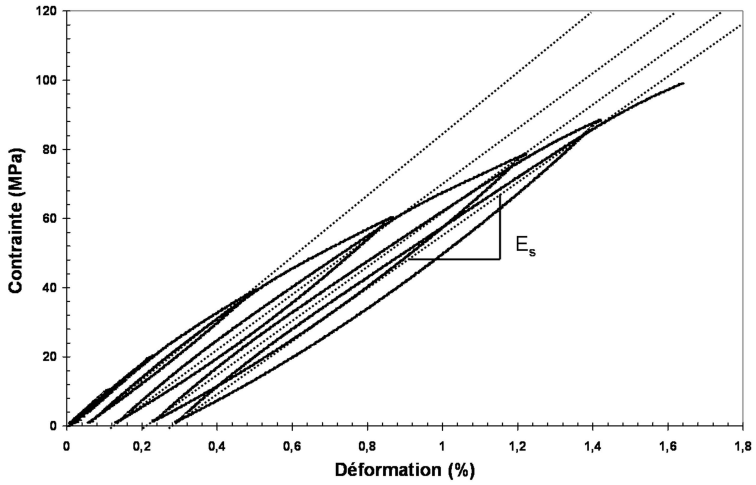


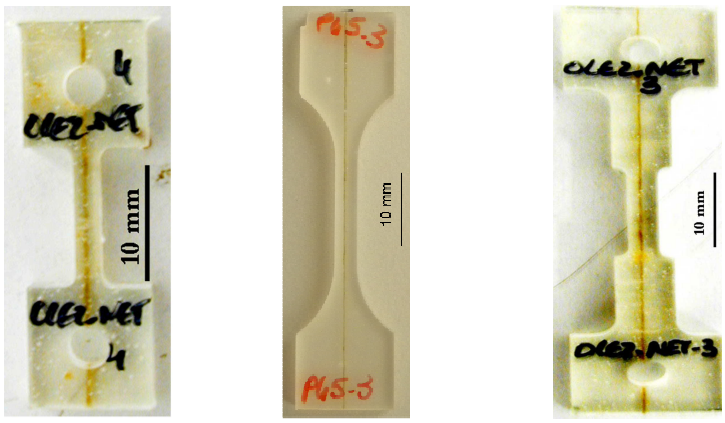
Figure 2.10: Détermination du module sécant.

Des courbes d'évolution du paramètre d'endommagement d ont par la suite été tracées en fonction du pourcentage de déformation à rupture pour plusieurs éprouvettes afin de construire des courbes représentatives pour chaque matériau.

I.3. Essais mécaniques de caractérisation de l'interface

I.3.1 Géométrie des éprouvettes

Pour les essais de fragmentation, des éprouvettes de résine époxy contenant un seul fil de chanvre orienté à 0° ont été réalisées. Des éprouvettes simples congés (Figure 2.11a) ont tout d'abord été testées. Lors des essais, il a été constaté que la déformation de ces éprouvettes ne permettait pas, avec nos matériaux, d'atteindre la déformation à rupture du fil. En effet, les congés trop importants induisent un état de triaxialité des contraintes très marqué qui provoque une rupture prématurée de l'éprouvette et le processus de fragmentation n'a pas lieu. Des éprouvettes haltères (Figure 2.11b) ont donc été développées avec des congés moins sévères. Avec cette géométrie, la fragmentation a bien lieu mais les fragments ne sont pas tous localisés dans la partie utile de l'éprouvette, ce qui peut fausser le résultat. Des éprouvettes doubles congés (Figure 2.11c) ont donc également été développées. Dans ces éprouvettes, l'état de contraintes a effectivement permis d'obtenir des fragmentations du fil dans la longueur utile de l'éprouvette.



(a) (b) (c)

Figure 2.11: Géométrie des éprouvettes pour le test de fragmentation : (a) simples congés, (b) haltère, (c) doubles congés.

D'autre part, des essais de traction ont également été réalisés sur des éprouvettes présentant une géométrie haltère avec une orientation du fil à 90° (Figure 2.12).

Figure 2.12 : Géométrie des éprouvettes monofilamentaires haltère de traction à 90°.

I.3.2 Préparation des échantillons

Les imperfections ou bulles en surface liées à la fabrication des plaques monofilamentaires ont été atténuées au moyen de plusieurs protocoles de polissage avant découpe sur la face des éprouvettes, communs à toutes les géométries, et d'autres procédures de polissage plus spécifiques dépendant des instrumentations ont été mises en place selon les géométries d'éprouvettes.

I.3.3 Protocole expérimental

Les essais de traction et de fragmentation sur éprouvette monofilamentaire sont réalisés sur la machine INSTRON E1000 équipée de mors autoserrants et d'une cellule de force de 1kN allant en charge statique jusqu'à 750N. Les essais sont pilotés en vitesse de déplacement de la traverse à 0,5 mm/min. Une caméra haute résolution (2670 pixels x 4000 pixels) a été utilisée pour l'enregistrement des essais.

I.3.4 Grandeurs mesurées

Pour mesurer les déformations des éprouvettes monofilamentaires au cours des essais, des tests ont tout d'abord été effectués avec un extensomètre à couteaux. Cependant, malgré une base adaptée aux longueurs utiles des éprouvettes, un effort de flexion important a été constaté. Finalement, ce sont donc les marqueurs naturels présents dans les éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy qui ont été utilisés. En effet, des bulles à la surface des éprouvettes dues au processus de fabrication et des fibrilles de chanvre qui se désolidarisent du fil ont été observées (Figure 2.13). Ces marqueurs ont été suivis grâce à l'utilisation d'une caméra haute résolution durant l'essai mécanique. Il a ainsi été possible de mesurer la déformation globale dans la zone utile des éprouvettes tout au long des essais.

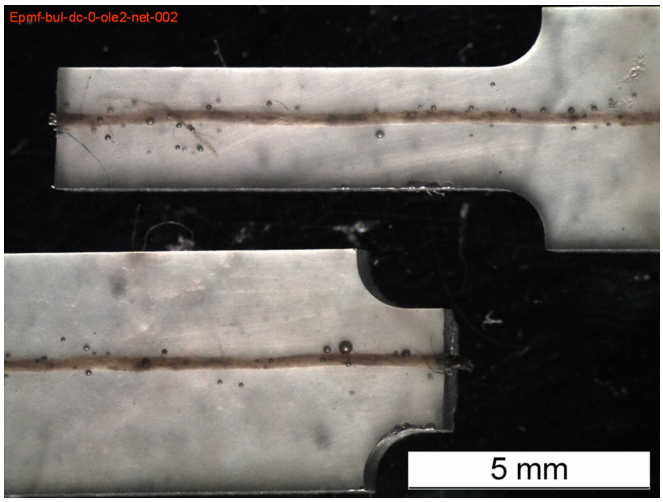


Figure 2.13 : Marqueurs naturels des éprouvettes de fragmentation chanvre/époxy : bulles d'air, fibrilles de chanvre.

I.4. Méthodes de dépouillement spécifiques

I.4.1 Photoélasticimétrie

I.4.1.1 Principe

La technique de photoélasticimétrie permet de visualiser directement les champs de contraintes dans le matériau étudié. Pour cela, cette technique se base sur les propriétés de biréfringence du matériau étudié lorsqu'il est soumis à une sollicitation. Les lois de couplage optico-mécanique de Maxwell, établies à partir de l'hypothèse d'élasticité, définissent la relation entre le tenseur des indices de réfraction et celui des contraintes.

Deux types de lignes peuvent être observées, les isochromes qui sont proportionnelles à la différence des contraintes principales et les isoclines qui indiquent les directions principales à $\pi/2$ près.

Pour visualiser le champ de contrainte, des polariscopes rectilignes, faisant apparaître les deux types de lignes, ou circulaires, faisant apparaître seulement les lignes isochromes, peuvent être utilisés.

Dans cette étude, un polariscope circulaire à champ sombre sera utilisé. L'objet à étudier est donc placé entre un polariseur circulaire droit, formé par l'association d'un polariseur rectiligne et d'une lame quart d'onde, et d'un analyseur circulaire gauche formé par l'association d'un analyseur rectiligne et d'une lame quart d'onde (Figure 2.14).

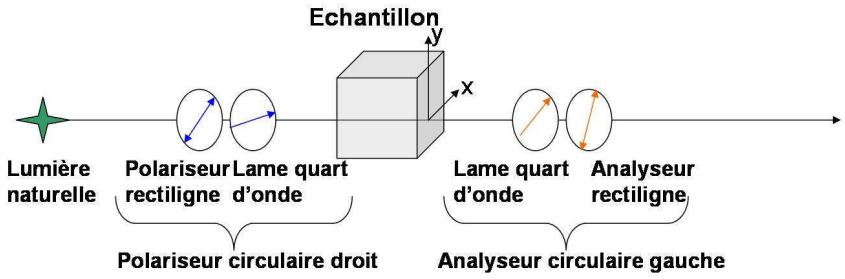


Figure 2.14 : Schéma de principe d'un polariscope circulaire à champ sombre.

L'intensité transmise I en sortie de l'analyseur s'écrit sous la forme de l'équation (11) :

$$I = I_0 \sin^2(\varphi/2) \qquad (11)$$

avec : I_0 intensité incidente
φ le déphasage.

Les isochromes apparaissent alors comme des franges sombres, elles correspondent à un déphasage $\varphi = 2n\pi$ où n est un nombre entier désignant l'ordre de frange.

Les lignes isochromes correspondent au lieu des points d'égale différence des contraintes principales (12).

$$\sigma_1 - \sigma_2 = 2\tau_{12} = \frac{n\lambda}{eC}$$

avec τ_{12} *la contrainte de cisaillement,*
λ *la longueur d'onde,* (12)
n l'ordre de frange,
C la constante photoélastique
et e l'épaisseur du modèle.

I.4.1.2 Applications à l'étude

Tout d'abord, l'instrumentation par photoélasticimétrie a été utilisée pour contrôler l'absence de couplage entre différentes sollicitations, par exemple, traction-flexion ou traction-torsion. Préalablement à l'essai, l'ensemble des éprouvettes monofilamentaires a été instrumenté par un dispositif de photoélasticimétrie pour assurer un alignement mors-éprouvette conduisant à une sollicitation de traction pure. Le contrôle du placement de l'éprouvette est assuré par un protocole de contrôle des lignes isochromes. L'éclairage se fait à l'aide de deux lampes à LED recouvertes de papier calque pour obtenir un éclairage diffus, des diodes ponctuelles sont parfois ajoutées si nécessaire. L'éclairage est positionné derrière l'éprouvette de façon à traverser le polariscope circulaire à champ sombre et à venir impacter de façon normale la caméra haute résolution (Figure 2.15).

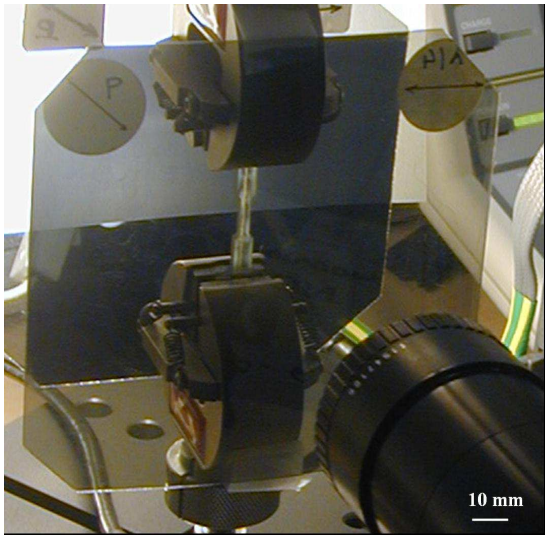


Figure 2.15 : Dispositif de placement par photoélasticimétrie d'une éprouvette monofilamentaire.

Lors des essais de fragmentation, la technique de photoélasticimétrie a également été utilisée pour détecter les ruptures de fil. Les éprouvettes sont placées dans un polariscope à champ sombre face à la caméra haute résolution (Figure 2.16) qui enregistre les images successives des isochromes toutes les

deux secondes sans interruption de l'essai. Ces images sont par la suite traitées à l'aide du logiciel Photoshop pour extraire le positionnement spatial et temporel des ruptures de fil.

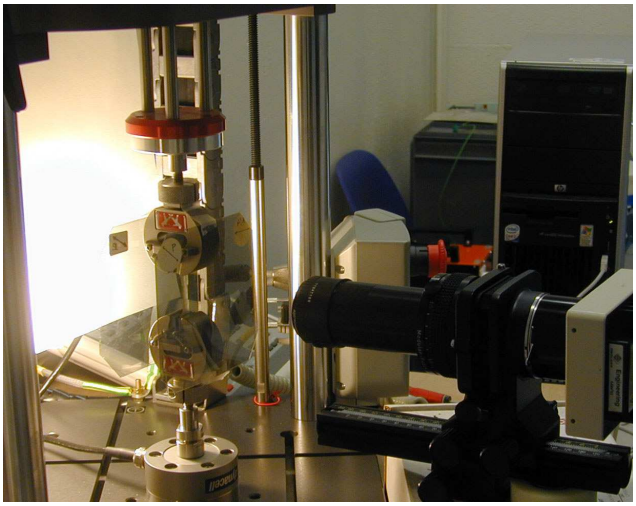


Figure 2.16 : Essai de fragmentation instrumenté par photoélasticimétrie.

De plus, les isochromes obtenues permettent d'avoir des informations sur le champ de contraintes dans la résine au voisinage des fragmentations.

I.4.2 Mesures des déformations par intercorrélation d'images numériques

L'objectif de ces mesures est d'obtenir le champ complet des déformations à la surface de l'échantillon au cours de l'essai.

I.4.2.1 **Protocole expérimental**

I.4.2.1.1. Montage expérimental

Afin d'obtenir des marqueurs aléatoires sur la surface à étudier, les éprouvettes ont été recouvertes d'un mouchetis de grains d'environ 7,5µm de diamètre. Ce mouchetis a été obtenu par projection d'un mélange de poudre et de solvant.

Une caméra haute résolution de 2670 x 4000 pixels² est placée sur un pied stabilisé autorisant un déplacement dans les trois dimensions au moyen de platines micrométriques. La surface mouchetée de l'échantillon est éclairée en positionnant l'éclairage du même côté que la caméra. Le contraste entre les grains noirs et blancs du mouchetis doit être renforcé par un éclairage adapté de l'éprouvette. Pour cela, deux lampes composées de vingt LED blanches ont été utilisées pour assurer un éclairage global homogène de l'éprouvette.

La caméra utilisée possède une distance focale f de 80 mm. Les dimensions du capteur de la caméra sont de 24 x 35,9 mm². Les paramètres de réglages de la caméra sont essentiels pour obtenir une bonne définition des grains de mouchetis. Pour les essais sur éprouvettes monofilamentaires, l'ouverture choisie est de 5,6 pour obtenir une profondeur de champ de 50 µm, ce qui correspond à un grandissement de 3,6.

I.4.2.1.2. Déroulement des essais

Pour l'enregistrement des images, un maintien en déplacement de l'éprouvette est imposé à chaque niveau de déformation étudié. Un ajustement de la distance focale, dans la limite de la profondeur de champ de 50µm précède si nécessaire l'acquisition des images qui sont alors stockées par la caméra. Cette opération prend moins d'une minute. Le maintien en déplacement favorise la relaxation du matériau, cependant il a été montré que la relaxation entraîne un déplacement à la surface de l'échantillon inférieur à la précision de la méthode [84]. Il a été vérifié que, pour nos échantillons, la courbe globale σ-ε reste inchangée lorsque l'on effectue ces maintiens au cours de l'essai (Figure 2.17).

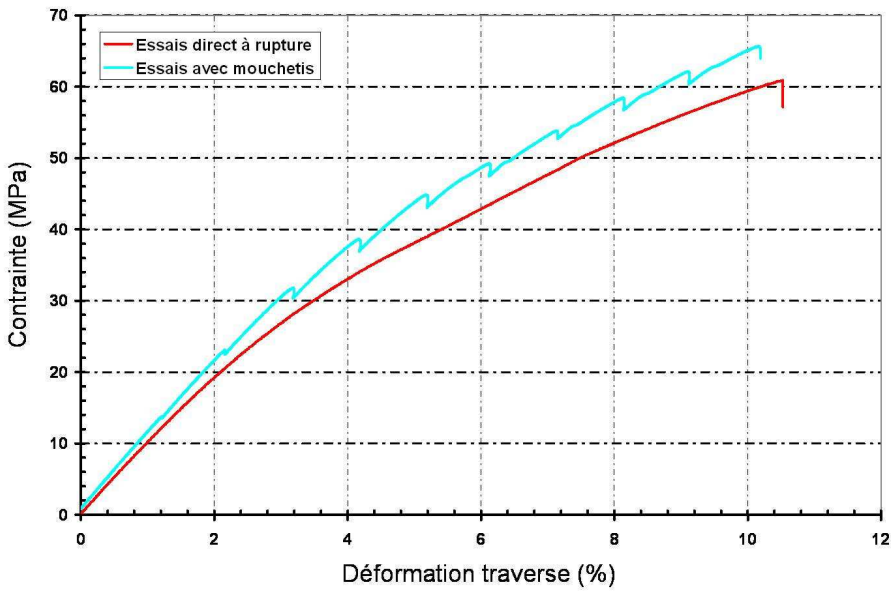


Figure 2.17 : Essai de fragmentation sur éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy: comparaison d'un essai direct jusqu'à rupture et d'un essai avec des arrêts pour l'enregistrement des images du mouchetis.

I.4.2.2 Fonctionnement du logiciel de corrélation

La corrélation d'images numériques permet de déterminer les vecteurs déplacements de points entre deux images par comparaison des niveaux de gris des pixels des images. Le logiciel de corrélation appelé Granu développé au laboratoire par Brillaud et al. [83] a été utilisé pour dépouiller des images numérisées de mouchetis par intercorrélation directe. Sur les images numériques de mouchetis enregistrées, l'utilisateur choisit un ensemble de «points» où il souhaite faire une mesure. Chacun de

ces «points» de mesure est une petite fenêtre de l'image de NxN pixels² contenant un nombre suffisant de motifs aléatoires pour être unique dans le champ de l'image. Ce logiciel effectue les calculs de corrélation pour tous les «points» de mesure. Considérons un point P, de coordonnées (x_P, y_P), dans la première image. La fenêtre f_P extraite de l'image autour du point P se compose d'un ensemble de pixels de coordonnées (x_P+i, y_P+j), i et j variant de -N/2 à N/2. Chacun de ces pixels présente un niveau de gris noté $I_{fP}(x_{P+i}, y_{P+j})$. Cette fenêtre est comparée par corrélation à des fenêtres f_M extraites d'une seconde image, centrées sur le point M de coordonnées (x_P+u_M, y_P+v_M). Le vecteur déplacement du point P entre la première et la seconde image est déterminé en maximisant le coefficient de corrélation entre f_P et f_M. Les coordonnées du point M correspondant seront alors (x_P+u_P, y_P+v_P), où u_P et v_P sont les composantes du vecteur déplacement recherché. La valeur du coefficient de corrélation entre les fenêtres f_P et f_M est donnée par l'équation (13) :

$$C_P(M) = \frac{\mathrm{C_i}\,(f_P, f_M)}{\sqrt{\mathrm{C_a}\,(f_P)}.\sqrt{\mathrm{C_a}\,(f_M)}} \tag{13}$$

où C_i et C_a représentent respectivement les fonctions d'intercorrélation et d'autocorrélation définies par l'équation (14):

$$\begin{aligned} \mathrm{C_i}\,(f_P, f_M) &= \sum_{i=-\frac{N}{2}}^{\frac{N}{2}} \sum_{j=-\frac{N}{2}}^{\frac{N}{2}} I_{f_P}(x_P + i, y_P + j).I_{f_M}(x_P + i + u_M, y_P + j + v_M) \\ \mathrm{C_a}\,(f_Q) &= \frac{1}{N^2} \sum_{i=-\frac{N}{2}}^{\frac{N}{2}} \sum_{j=-\frac{N}{2}}^{\frac{N}{2}} I_{f_Q}(x_Q + i, y_Q + j).I_{f_Q}(x_Q + i, y_Q + j) \end{aligned} \tag{14}$$

où Q est un point de coordonnées (x_Q, y_Q).

Lorsque la valeur de corrélation obtenue pour un point P satisfait le critère de corrélation choisi par l'utilisateur, le logiciel effectue une vérification de la validité du point P en calculant la valeur de corrélation pour chaque pixel autour de P. Les valeurs de corrélation autour du point P forment un pic appelé pic de corrélation (Figure 2.18).

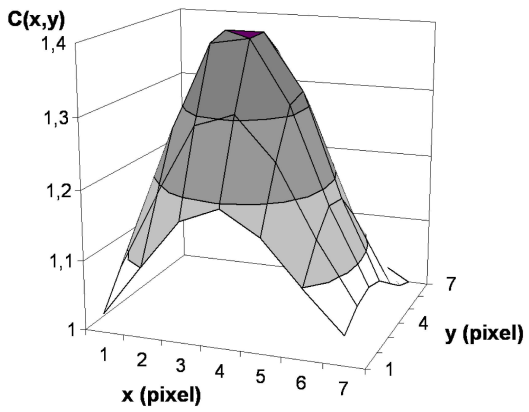


Figure 2.18 : Pic de corrélation obtenu avec le logiciel Granu sur un point de mesure.

Les déplacements u_x et u_y du vecteur déplacement de P à M sont déterminés à partir d'une interpolation bi-parabolique de la fonction de corrélation, réalisée sur un quadrillage de 5x5 ou 7x7 pixels² autour du maximum du pic (Figure 2.18).

I.4.2.3 Détermination des déformations

Les champs de déformation sont obtenus en utilisant les modules d'intégration et de dérivation du code d'éléments finis ABAQUS. Le maillage est calqué sur l'ensemble des points de mesure, et la valeur du déplacement mesuré par corrélation est imposée en chaque nœud du maillage. Pour chaque mesure de déplacement entre deux images, un remaillage a été effectué. Par exemple, si un déplacement u_{xn}, u_{yn} a été mesuré entre l'image n et l'image n+1 à partir d'un maillage (n), le déplacement entre l'image n+1 et l'image n+2 est mesuré à partir d'un maillage (n+1) translaté de u_{xn} et u_{yn} par rapport au maillage (n). Pour le calcul du déplacement total entre l'image initiale et l'image précédant la rupture, le but est de limiter la multiplication des erreurs et donc le nombre de remaillage. La méthode consiste donc à choisir les images les plus éloignées permettant une bonne corrélation, le déplacement final est calculé en sommant l'ensemble des déplacements précédemment obtenus.
Dans la gamme de déformations de 0 à 6 %, la sensibilité moyenne de cette technique sur les déplacements mesurés est de 1/10 pixels [83]. Cette sensibilité atteint 0,23 pixels, pour une déformation de 8 % [83]. En terme de mesure des déformations, les différents tests effectués ont montré que la gamme de mesure de cette technique s'étend de 10^{-4} à 10^{-1}, avec une sensibilité moyenne sur les déformations de 5.10^{-4} [83].

I.4.3 Technique d'émission acoustique

La technique d'émission acoustique a été utilisée pour caractériser l'initiation et la propagation de l'endommagement dans la résine seule, les fils de chanvre et de verre seuls et les composites verre/époxy, lin/époxy et chanvre/époxy.

I.4.3.1 Protocole d'essai

I.4.3.1.1. Choix des paramètres

La chaîne d'émission acoustique est constituée d'un système d'acquisition PCI-2 de Physical Acoustics Corporation. Deux capteurs piézo électriques larges bandes avec une fréquence de résonance de 300 kHz (Figure 2.19), et une surface active de 10mm de diamètre ont été utilisés pour les essais.

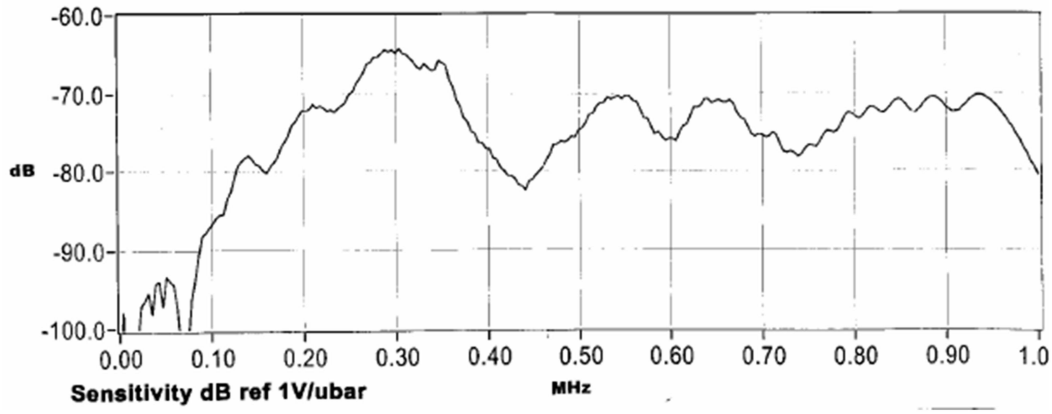


Figure 2.19 : Bande passante des capteurs utilisés [48].

Pour tous les essais, l'acquisition a été effectuée sur une bande de fréquence variant de 1kHZ à 3 MHz. Les pré-amplificateurs ont été réglés avec un gain de 40dB. Le seuil a été fixé à 50 dB pour les composites et les fils de chanvre et à 25dB pour la résine seule.

Différentes données d'acquisition des salves doivent être réglées. Tout d'abord le paramètre PDT (peak definition time) qui permet la détermination du maximum de la salve. La durée que l'utilisateur choisit se déclenche dès que le seuil est dépassé et peut se répéter jusqu'à la fin du hit. Le paramètre HDT (hit definition time), qui définit le temps d'une salve, se déclenche dès qu'on se situe en dessous du seuil et doit être assez long pour permettre la détermination du maximum de la salve par le paramètre PDT. Le paramètre HLT (Hit lockout time) définit un temps de réarmement et se déclenche à la fin du temps HDT pour éviter l'acquisition d'éventuels échos (Figure 2.20).

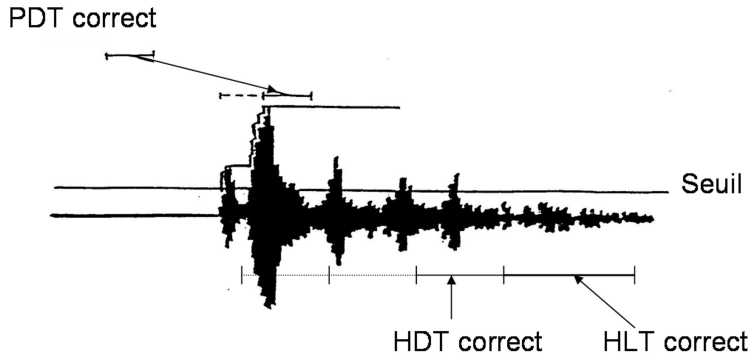


Figure 2.20 : Schématisation d'une salve acquise.

Le paramètre PDT a été fixé à 200µs, et un temps HLT de réarmement de 1000 µs ainsi qu'un temps HDT de 800 µs ont été définis.

I.4.3.1.2. Mise en place des capteurs

Les capteurs ont été imprégnés d'une graisse silicone et positionnés, au moyen de pinces, directement sur les éprouvettes pour les essais sur la résine seule et sur les composites, et sur les talons pour les essais sur les fils de chanvre et de verre (Figure 2.21).

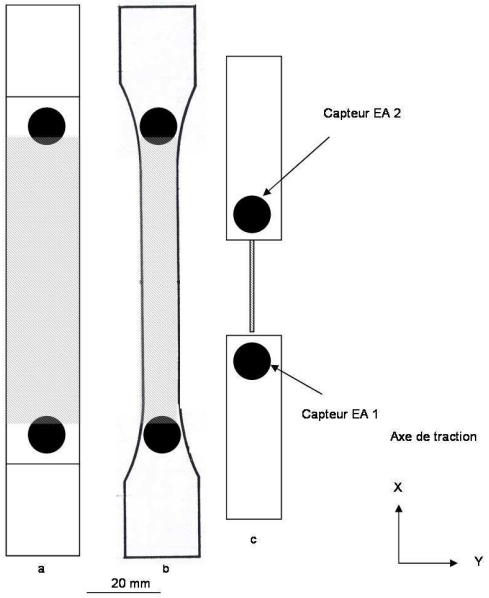


Figure 2.21: Localisation des capteurs d'émission acoustique sur les éprouvettes (a) composite, (b) résine époxy, (c) fil.

I.4.3.1.3. Calibration des capteurs

Pour chaque éprouvette, le système d'acquisition a été calibré avant chaque essai au moyen de cassés de mines avec un stylo spécifique permettant d'ajuster le contact entre les capteurs et l'éprouvette. Connaissant la distance entre les centres des deux capteurs, la vitesse de l'onde a été déduite et entrée dans le logiciel d'acquisition afin de permettre la localisation des évènements acoustiques. Le traitement des données a ainsi été effectué uniquement à partir des évènements acoustiques situés entre les capteurs (zones grisées sur la Figure 2.21). Afin de valider les réglages, des courbes-types présentant le nombre d'échos en échelle logarithmique en fonction de l'amplitude ont été tracées pour vérifier que les bruits extérieurs ont bien été supprimés grâce aux calibrations effectuées (Figure 2.22).

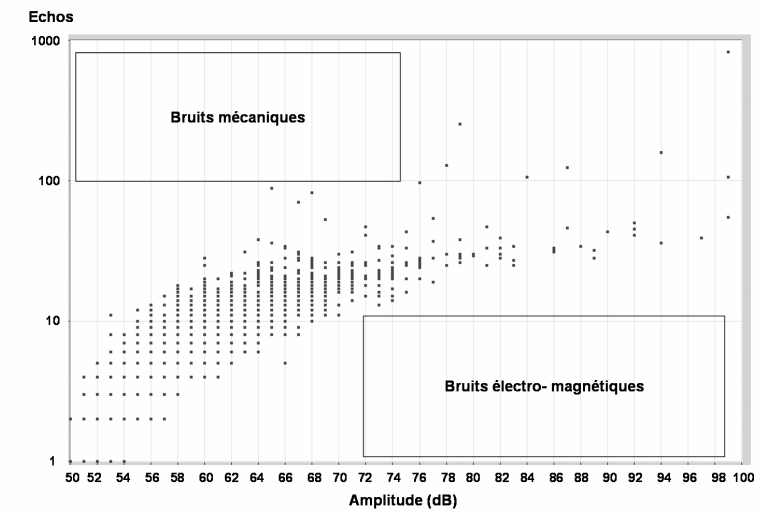


Figure 2.22 : Exemple de courbe type d'émission acoustique : nombre d'échos (échelle logarithmique) en fonction de l'amplitude des échos pour une éprouvette de composite tissé chanvre/époxy.

Une analyse statistique des amplitudes des évènements a été réalisée sur les composites verre/époxy, lin/époxy et chanvre/époxy. La signature acoustique en terme d'amplitude des composites et de leurs composants élémentaires, renforts et résine, a été déterminée.

I.4.4 Traitement par analyses statistiques

Des analyses statistiques ont été menées pour déterminer les propriétés mécaniques des faisceaux de fibres de chanvre et des fils de verre, de lin et de chanvre. Deux types d'analyses statistiques ont été mises en place : la statistique de Laplace-Gauss et la distribution de Weibull.

I.4.4.1 Analyse statistique de Laplace-Gauss

La distribution de Laplace-Gauss définie par l'équation (15) a été utilisée pour étudier les dispersions de diamètres et de modules d'Young des faisceaux de fibres de chanvre et des fils de verre, de lin et de chanvre ainsi que pour le dépouillement des spectres issus de l'émission acoustique.

$$Y = \frac{1}{\sigma_{et}\sqrt{2\pi}} e^{\frac{\frac{-1}{2}(X-\mu)^2}{\sigma_{et}^{\ 2}}} \quad [133] \qquad (15)$$

avec Y l'évolution de la population selon la loi statistique obtenue,
σ_{et} *l'écart type sur la population étudiée,*
X le paramètre étudié ;
μ *la moyenne sur la population étudiée.*

Dans l'ensemble des approches statistiques utilisant la distribution de Laplace-Gauss, trois données principales serviront de bases d'analyses : le mode qui représente la valeur dominante de la population, valeur à laquelle est associée la probabilité la plus importante, la dispersion qui correspond à l'écart type obtenu sur la population, et enfin l'amplitude qui correspond à la largeur de la courbe à mi-hauteur et donne une indication de la gamme balayée par la population (Figure 2.23).

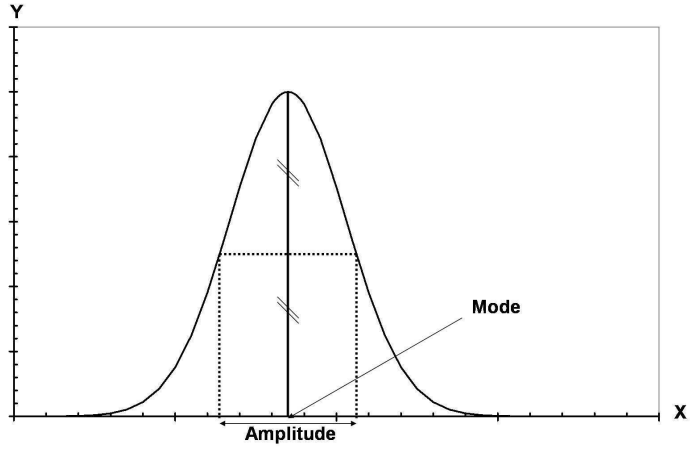


Figure 2.23 : Courbe classique de distribution de Laplace-Gauss.

La validité d'utilisation de la distribution normale est déterminée grâce à la droite de Henry (Annexe III) qui permet d'apprécier l'adéquation d'une distribution observée à la loi de Gauss.

I.4.4.2 Analyse statistique de Weibull

La statistique de Weibull a été utilisée pour déterminer les contraintes maximales et les déformations à contrainte maximale des faisceaux de fibres de chanvre et des fils de verre, de lin et de chanvre. Le principe de la distribution de Weibull repose sur le fait que la fibre est supposée constituée d'un assemblage de maillons ayant chacun leur résistance propre à la rupture [134]. La fracture de la fibre intervient quand le maillon le plus faible se rompt. On divise la fibre en N segments dans lesquels la contrainte est supposée uniforme et égale à σ_i. La probabilité pour qu'un segment soit rompu à la contrainte σ_i est $F(\sigma_i)$. A $F(\sigma_i)$, on associe la fonction de densité de probabilité $f(\sigma)$ définie par l'équation (16) :

$$F(\sigma_i) = \int_0^{\sigma_i} f(\sigma) d\sigma \qquad (16)$$

Si σ_R est la contrainte à rupture du matériau alors la probabilité $F(\sigma_R)$ pour qu'un segment soit rompu à σ_R est de 1, cette probabilité s'écrit sous la forme de l'équation (17) :

$$F(\sigma_R) = \int_0^{\sigma_{Ri}} f(\sigma) d\sigma = 1 \qquad (17)$$

La probabilité pour qu'un maillon ne soit pas rompu à la contrainte σ_i est égale à 1−F (σ_i) et la probabilité, R, que toute la fibre ne soit pas rompue est donnée par l'équation (18) :

$$R = \prod_{i=1}^{N} (1 - F(\sigma_i)) \tag{18}$$

En supposant que la contrainte dans la fibre est uniforme et égale à σ, on peut écrire R sous la forme de l'équation (19) :

$$R = (1 - F(\sigma))^N \tag{19}$$

La probabilité pour que la fibre soit rompue à la contrainte σ est alors définie par l'équation (20) :

$$P_r(\sigma) = 1 - R = 1 - (1 - F(\sigma))^N \tag{20}$$

L'approximation de Poisson donnée par l'équation (21) est utilisée en supposant que le nombre de maillons est proportionnel à la longueur L de la fibre.

$$\lim_{n \to \infty} (1 - F(\sigma))^N = e^{(-NF(\sigma))} \tag{21}$$

On obtient alors l'équation (22) :

$$NF(\sigma) = L\omega(\sigma) \tag{22}$$

La forme empirique de la fonction ω(σ) proposée par Weibull est donnée par l'équation (23)

$$\omega(\sigma) = \frac{(\sigma - \sigma_u)^m}{\sigma_0} \quad pour \quad \sigma > \sigma_u$$

$$\omega(\sigma) = 0 \quad pour \quad \sigma \leq \sigma_u \tag{23}$$

avec σ_u contrainte seuil en dessous de laquelle il n'y a pas de rupture ;
σ_0 facteur d'échelle ;
m paramètre rendant compte de la reproductibilité de l'essai.

Deux approches distinctes, en contrainte et en déformation, sont alors proposées pour définir la probabilité de rupture d'une fibre subissant une contrainte σ ou une déformation ε. Dans la bibliographie, la formulation proposée dans l'équation (24) est plus communément utilisée dans le cas de l'étude de fibres unitaires, par exemple de carbone [135], de lin [136] ou de chanvre [10]. Cependant, certaines études utilisent également cette formulation dans le cas de faisceaux de fibres de verre [137].

$$P_r(\sigma) = 1 - e^{\left[\frac{-L}{L_0}\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right]} \tag{24}$$

La formulation proposée dans l'équation (25) où la probabilité cumulative de Weibull est écrite au moyen d'une approche en déformation, est plus communément utilisée dans l'analyse de faisceaux de fibres.

$$P_r(\varepsilon) = 1 - e^{\left[\frac{-L}{L_0}\left(\frac{\varepsilon}{\varepsilon_0}\right)^m\right]} \tag{25}$$

Cette définition est notamment utilisée dans les travaux de Hill [138] et de R'Mili [31] sur les faisceaux de fibres de verre mais également dans les travaux de Andersons [136] sur les fibres unitaires de lin.

De manière générale, les probabilités définies dans les équations (24) et (25) sont appelées probabilités cumulatives unimodales de Weibull au sein desquelles un seul type d'endommagement contrôle le processus de rupture. Une probabilité cumulative bimodale, donnée par l'équation (26) a également été définie et utilisée dans les travaux de Jung [139] et de Own [140] dans le cas d'endommagements multiples conduisant à la rupture.

$$P_r(\sigma) = 1 - \left(pe^{\left[\frac{-L}{L_0}\left(\frac{\sigma}{\sigma_{01}}\right)^{m1}\right]} + qe^{\left[\frac{-L}{L_0}\left(\frac{\sigma}{\sigma_{02}}\right)^{m2}\right]} \right) \quad et \quad \mathrm{p} + \mathrm{q} = 1 \tag{26}$$

L'enjeu de la mise en place d'une statistique de Weibull repose sur la détermination des paramètres σ_0 ou ε_0.

Lors de nos travaux, les deux approches ont été utilisées sous la forme de probabilités cumulatives unimodales de Weibull.

Dans le cas de l'approche en contrainte, une probabilité expérimentale P_{exp} est substituée à P_r sous la forme de l'équation (27).

$$\ln\left[\ln\left(\frac{1}{1-P_{\exp}}\right)\right] = m\ln\sigma - m\ln\sigma_0 + \ln L/L_0 \tag{27}$$

De nombreux travaux ont étudié la variation des paramètres de Weibull en fonction de la longueur des fibres testées [104]. Le paramètre L/L_0 est donc introduit pour la prise en compte du facteur d'échelle, L_0 servant à un adimensionnement du paramètre, il sera souvent pris égal à l'unité. La courbe présentant $\ln\left[\ln\left(\frac{1}{1-P_{\exp}}\right)\right]$ en fonction de *ln(σ)* est donc une droite de pente m et d'ordonnée à l'origine $-m\ln\sigma_0 + \ln L/L_0$ ce qui permet une détermination simple des paramètres m et σ_0 ou ε_0.

L'écriture de la probabilité expérimentale a été discutée lors de travaux sur l'estimation de la contrainte à rupture de fibres courtes de carbone par El Asloun et al. [104]. Les tests ont porté sur quatre écritures de la probabilité expérimentale permettant de déterminer m et σ_0.

Ces écritures explicitent la probabilité de rupture de la ième fibre selon les expressions (28) :

$$P_i = \frac{i-0,5}{N} \quad (a)$$

$$P_i = \frac{i}{N+1} \quad (b)$$

$$P_i = \frac{i-0,3}{N+0,4} \quad (c) \qquad (28)$$

$$P_i = \frac{i-3/8}{N+0,25} \quad (d)$$

Il a été montré lors de ces travaux que les différents choix d'écriture de la probabilité expérimentale n'affectaient pas les paramètres m et σ_0 de façon significative. De plus, ces travaux ont également montré qu'une population de 20 échantillons est suffisante pour fournir des résultats statistiques valides ainsi qu'une bonne approximation de la contrainte à rupture des fibres courtes. Dans cette étude, plus de 20 essais par type d'échantillons ont été réalisés pour appliquer la statistique de Weibull qui a été développée grâce à l'équation (28)b.

Dans le cas de l'approche en déformation, différentes méthodes sont proposées pour la détermination des paramètres. Une des méthodes consiste à exploiter la courbe représentant le chargement en fonction de la déformation qui nécessite d'utiliser le déplacement local du matériau et non pas le déplacement relatif de la traverse. Cette procédure, utilisée dans les travaux de Hill [138] et R'Mili [31], est explicitée en détail par Chi et al. [135]. Dans la littérature, les travaux de Andersons et al. [136] ont recours aux deux approches. Pour ce faire, les paramètres de l'approche en déformation sont directement extrapolés à partir des valeurs définies de m et de σ_0 dans le calcul de la distribution des contraintes maximales. Dans notre cas, une détermination des paramètres similaire à celle décrite dans le cas de l'approche en contrainte a été utilisée dans le cas de l'approche en déformation. La valeur dominante que nous avons considérée correspond à la valeur de la statistique de Weibull obtenue pour une probabilité P_r=0,35. Cette valeur a été atteinte par 65% des matériaux testés. La dispersion est calculée à partir des valeurs statistiques correspondant aux probabilités P_r=0,50 et P_r=0,20, c'est-à-dire les valeurs qui ont été atteintes par 50 et 80 % des matériaux testés (Figure 2.24).

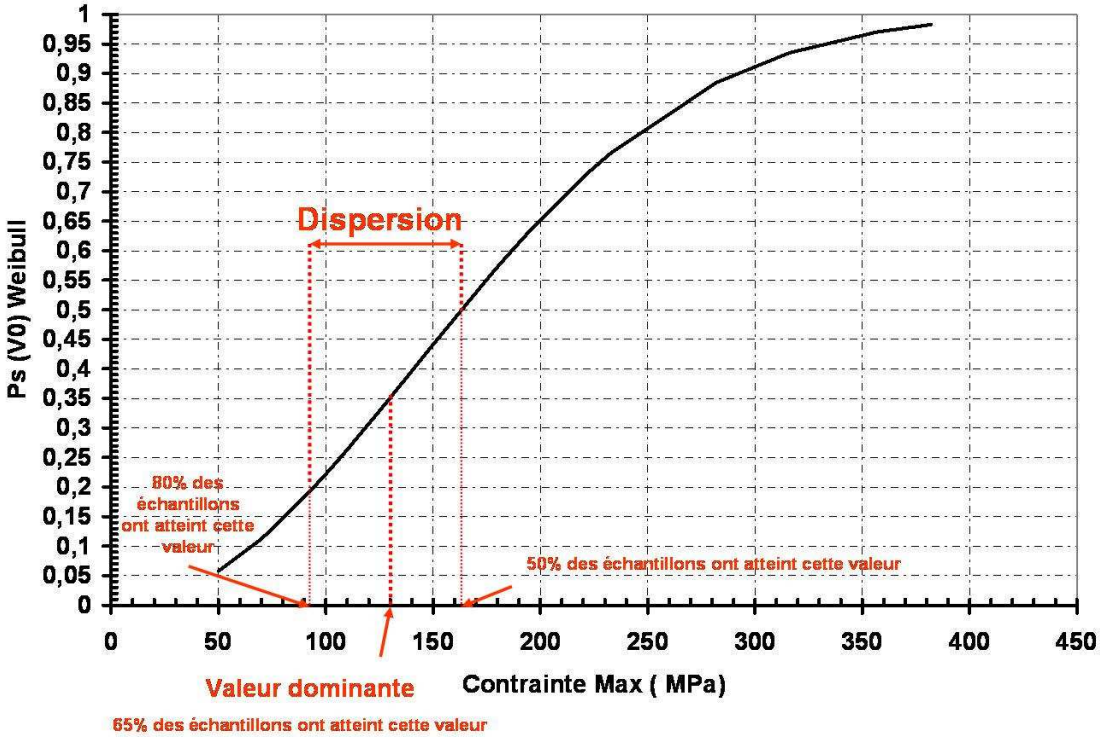


Figure 2.24: Représentation schématique du dépouillement de l'analyse statistique de Weibull.

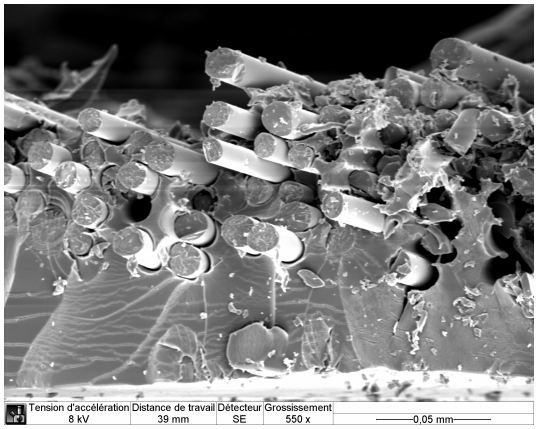
Chapitre II. Description de la microstructure des matériaux étudiés et optimisation de la mise en forme des composites.

Ce chapitre a pour but de présenter la microstructure des composites étudiés. Pour cela, chaque échelle du composite a été caractérisée : la fibre, les faisceaux de fibres, les fils, les tissus, la résine et le composite. Deux protocoles de cuisson et deux techniques de mise en forme ont également été analysées afin d'optimiser les composites de cette étude.

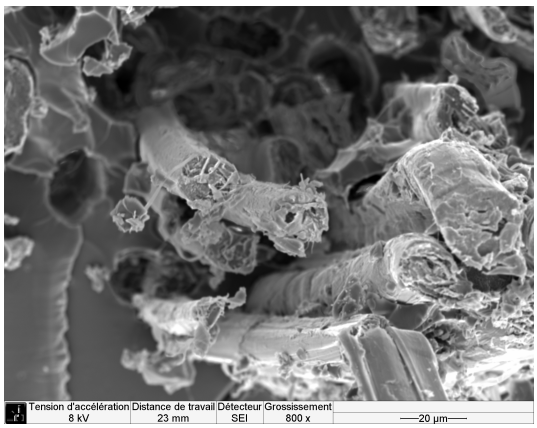
II.1. Les différentes échelles de la microstructure

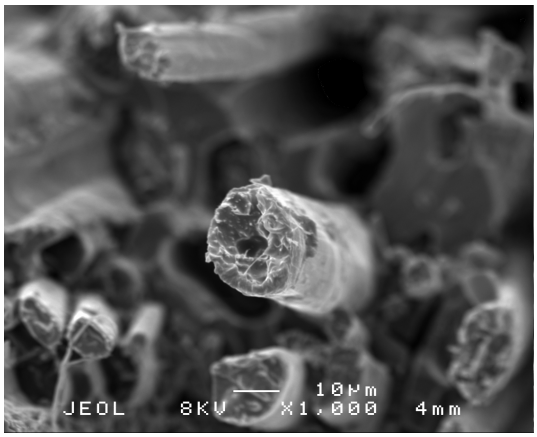
II.1.1 Echelle de la fibre

La microstructure des fibres de verre, de chanvre et de lin étudiées a été caractérisée grâce à des observations au microscope électronique à balayage des faciès de rupture des composites.



(a)





(b) **(c)**

Figure 2.25: Observations au microscope électronique à balayage de faciès de rupture de composites (a) verre/époxy, (b) lin/époxy, (c) chanvre/époxy. Observations des sections de fibres.

Les fibres de verre présentent une section parfaitement circulaire et une rugosité de surface très faible (Figure 2.25a). Le diamètre des fibres de verre a été évalué à 13,9 ± 0,9 µm grâce à la statistique de Laplace–Gauss appliquée sur 26 mesures de diamètres. Les fibres de lin et de chanvre possèdent une microstructure plus complexe et irrégulière présentée sur les Figure 2.25b et c, avec un diamètre moyen mesuré de 13 ± 5 µm pour les fibres de chanvre. Le lumen des fibres de chanvre qui correspond à l'espace vide au centre de la cellule (Figure 2.25c) est bien visible sur l'image réalisée en microscopie électronique en transmission (Figure 2.26).

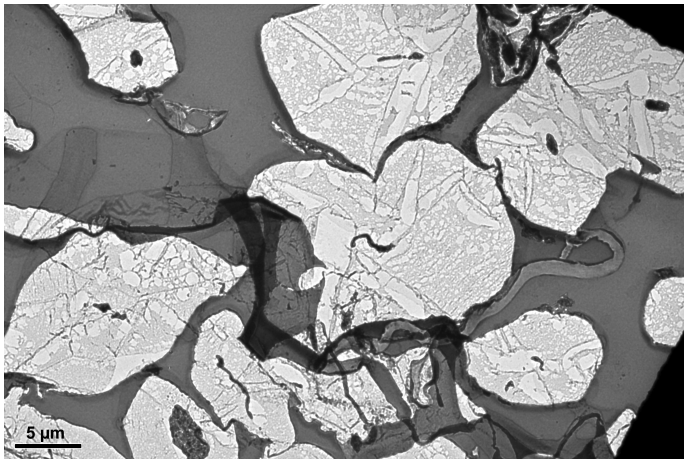
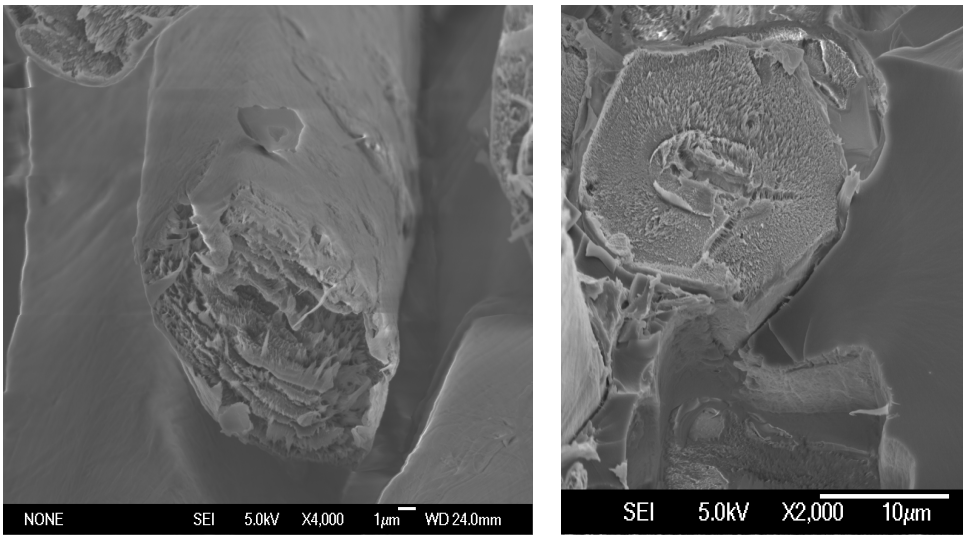


Figure 2.26 : Observations au microscope électronique en transmission de lames minces de composites chanvre/époxy [130].

Les différentes parois de la fibre de chanvre, primaire et secondaire, sont observables sur les Figure 2.27a et b. Certaines fibres de chanvre présentent des défauts de croissance, appelés « genoux » visibles par exemple sur la Figure 2.28.



(a) **(b)**

Figure 2.27 : Observations au microscope électronique à balayage (FEG) de faciès de rupture de composites chanvre/époxy : observations des sections de fibres.

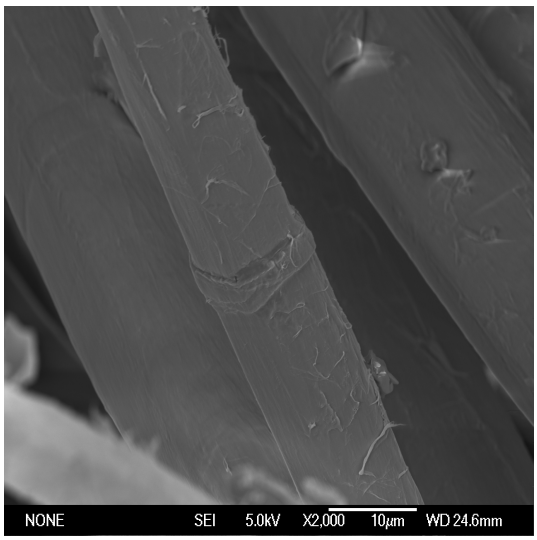


Figure 2.28 : Observations au microscope électronique à balayage (FEG) de faciès de rupture de composites chanvre/époxy : observation d'un genou.

La difficulté de réaliser des essais de traction à l'échelle de la fibre unitaire, a conduit, dans cette étude, à principalement effectuer des tests sur des faisceaux de fibres. Les différents faisceaux de fibres de chanvre étudiés proviennent de cultures de chanvre en serre et en champ réalisées et/ou récoltées par le PhyMoTS (Laboratoire de Biologie Végétale de l'Université de Poitiers) (Figure 2. 29).

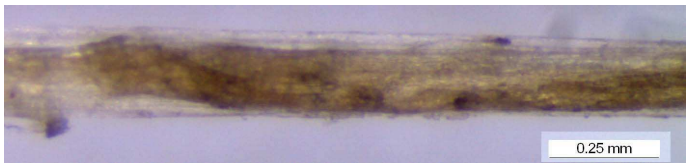


Figure 2. 29 : Faisceau de fibres de chanvre de type Santhica issu du bas de la tige.

II.1.2 Echelle du fil

II.1.2.1 Nomenclature des fils étudiés

Des fils de verre de numéro métrique Nm 3,33, des fils de lin de numéro métrique Nm 10 et Nm 12 ainsi que des fils de chanvre de numéro métrique Nm 10, Nm 12 et Nm 14 ont été étudiés. Certains fils sont issus de tissus tissés manuellement ou ont été fournis directement en bobine par des entreprises de filature (Tableau 2.4). Dans le cadre de l'optimisation de l'interface fibre/matrice, différentes températures d'étuvages ainsi que différents traitements des fils ont été étudiés et seront abordés dans la partie 4.

Fils	Matériau	Titre	Tissage	Etuvage	Traitement
F1	Verre	Nm 3,3	Industriel	Aucun	Aucun
F1'	Verre	Nm 2,6	Industriel	Aucun	Aucun
F2	Lin	Nm 10	Aucun	Aucun	Aucun
F3	Lin	Nm 12	Manuel	Aucun	Aucun
F4	Chanvre	Nm 10	Aucun	Aucun	Aucun
F5	Chanvre	Nm 12	Manuel	Aucun	Aucun
F5-40	Chanvre	Nm 12	Manuel	40°C	Aucun
F5-105	Chanvre	Nm 12	Manuel	105°C	Aucun
F5-120	Chanvre	Nm 12	Manuel	120°C	Aucun
F5-t1	Chanvre	Nm 12	Manuel	40°C	NaOH
F5-t2	Chanvre	Nm 12	Manuel	40°C	NaOH+ H_2O_2
F6	Chanvre	Nm 14	Manuel	Aucun	Aucun

Tableau 2.4. Nomenclature des fils étudiés.

II.1.2.2 Microstructure des fils étudiés

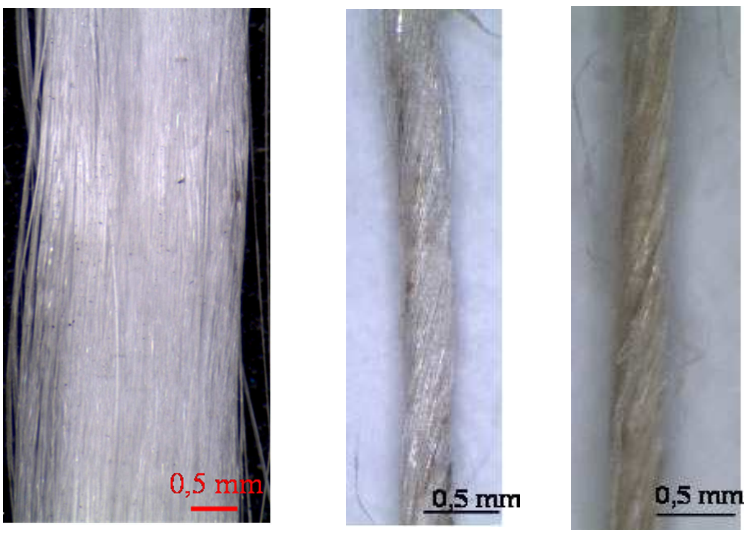
- Les fils de verre sont constitués d'un ensemble rectiligne de fibres de verre (Figure 2.30a). Afin de déterminer la section du fil testé, la masse linéique des fils m_{lfil} donnée par le fabricant a été utilisée pour déterminer le nombre n de fibres dans les fils de chaîne et de trame grâce à l'équation (29) :

$$n = \frac{m_{lfil}}{\rho_f S} \tag{29}$$

où ρ_f *est la masse volumique des fibres de verre (*Tableau 1.4*)*
S la section d'une fibre.

Les résultats ont permis de déterminer que le fil de chaîne se compose de 775 fibres et le fil de trame de 980 fibres.

- Les fils de lin (Figure 2.30b) et de chanvre (Figure 2.30c) sont constitués d'un ensemble de fibres enroulées en spirale avec un angle moyen de 11° mesuré en périphérie du fil. La valeur mesurée de cet angle est en accord avec les travaux de Madsen et al. [12] sur des fils de type bitord qui ont déterminé un angle moyen de 15° à la surface du fil et ont estimé à 11° l'angle moyen de l'ensemble des fibres dans le fil.

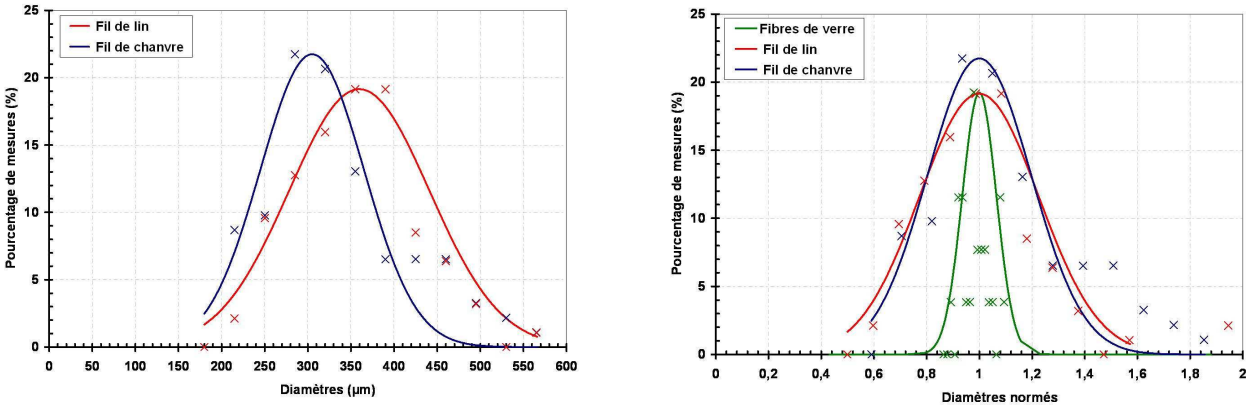


(a) (b) (c)

Figure 2.30: Morphologie des fils de verre type F1 (a), de lin type F3 (b) et de chanvre type F5 (c).

II.1.2.3 Caractéristiques physiques des fils étudiés

La distribution de Laplace-Gauss a été utilisée pour caractériser le diamètre des différents fils présentés dans le Tableau 2.4 ainsi que des fibres de verre. Les diamètres des fils de lin et de chanvre ont été comparés sur la Figure 2.31a et ont été normés pour la comparaison avec les fibres de verre (Figure 2.31b). Les résultats montrent, comme attendu, que la dispersion obtenue sur les fils de lin et de chanvre, d'origine naturelle, est bien plus importante que celle obtenue sur les fibres de verre, d'origine synthétique (Figure 2.31).



(a) (b)

Figure 2.31 : Distribution de Laplace-Gauss appliquée aux diamètres mesurés des fibres de verre et des fils de lin F3 et de chanvre F5.

La densité des fils de verre a été calculée grâce à l'équation (30)a, celle des fils de lin et de chanvre a été calculée grâce à l'équation (30)b et les valeurs obtenues sont présentées dans le Tableau 2.5.

$$\text{(a)}\ D = \frac{m_{lfil}}{n\pi(\frac{\phi_{fibre}}{2})^2}\ ;\ (b)\ D = \frac{m_{lfil}}{\pi(\frac{\phi_{fil}}{2})^2} \tag{30}$$

avec m_{lfil} masse linéique des fils,
ϕ diamètre de la fibre ou du fil,
n nombre de fibres du fil de verre.

L'ensemble des résultats obtenus est présenté dans le Tableau 2.5.

Fils .	Matériau	Titre	Diamètre (µm) (Laplace-Gauss)	mlfil (tex)	Densité D	Taux de porosité
F1	Verre	Nm 3,3	/	300	2,55	/
F1'	Verre	Nm 2,6	/	380	2,55	/
F2	Lin	Nm 10	385 ± 80	100	0,86	/
F3	Lin	Nm 12	360 ± 80	83	0,82	/
F4	Chanvre	Nm 10	380 ± 40	100	0,88	/
F5	Chanvre	Nm 12	305 ± 60	83	1,14	/
F5-40	Chanvre	Nm 12	320 ± 35	83	1,04	0,5
F5-105	Chanvre	Nm 12	300 ± 60	83	1,18	0,5
F5-120	Chanvre	Nm 12	350 ± 65	83	0,87	/
F5-t1	Chanvre	Nm 12	351± 38	83	0,86	/
F5-t2	Chanvre	Nm 12	339 ± 26	83	0,92	/
F6	Chanvre	Nm 14	300 ± 60	83	1,18	/

Tableau 2.5. Caractéristiques des fils étudiés.

Les résultats montrent que la densité des fils de chanvre s'étend de 0,87 à 1,18 selon leur masse linéique et leur traitement thermique et est voisine de celles des fils de lin tandis que celles des fibres de verre est bien supérieure (2,55). De plus, les différents numéros métriques des fils peuvent être directement retranscrits en terme de diamètre.

La porosité des fils a été évaluée sur quatre fils de type F5-105 et un fil de type F5-40 en se basant sur des images de tranches de composites effectuées au microscope optique après polissage fin. Le logiciel Visilog édité par Noesis a été utilisé. Ce logiciel d'analyse d'image s'appuie sur une bibliothèque d'algorithmes utilisant le Visual basic comme langage de programmation et le VBA (Visual Basic for Applications) comme outil de réalisation d'application. Le logiciel Visilog Xpert 6.5 a permis d'effectuer une reconnaissance des sections des fibres. Puis, le taux surfacique de fibres a été estimé sur trois surfaces de tailles différentes définies dans les fils : 72600 pixels², 124300 pixels² et 247000 pixels² (Figure 2.32) jusqu'à obtenir un taux surfacique de fibres représentatif. La porosité des fils ainsi déterminée est d'environ 50%. Ces zones de porosité sont ensuite remplies de résine lors de la mise en œuvre des composites.

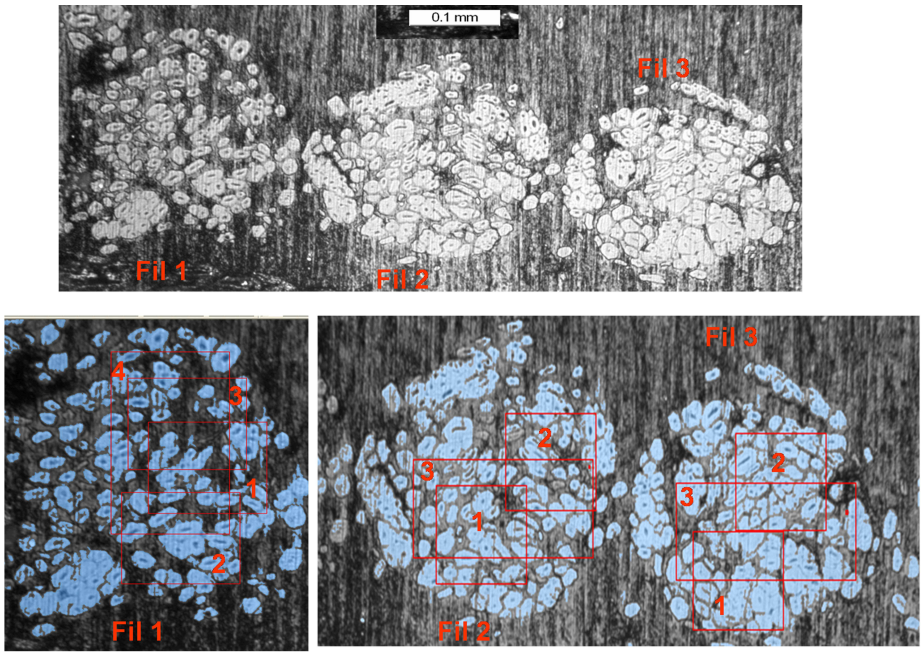


Figure 2.32 : Analyse d'images pour la détermination du taux de porosité des fils avec le logiciel Visilog pour des fils de type F5-105.

II.1.3 Echelle du pli

L'échelle mésoscopique est constituée par les plis de tissus imprégnés de résine époxy.

II.1.3.1 Architecture des tissus

Les tissus utilisés pour mettre en œuvre les composites sont présentés dans le Tableau 2.6. Le grammage G donné par l'équation (31) est la grandeur caractéristique de la masse surfacique des tissus.

$$G = M_{tissu} / S_{tissu} \qquad (31)$$

où M_{tissu} est la masse mesurée d'une surface de référence de tissu
S_{tissu} est la surface de réfence du tissu

Les mesures de grammage ont été réalisées en pesant une surface donnée de chacun des tissus disponibles à l'aide d'une balance électronique SARTORIUS de précision 10^{-5} g. Des tissus de lin, de verre et de chanvre ont été utilisés avec différents types de fils menant à des grammages différents. Des étuvages à 40°C ou à 105°C et différents traitements alcalins ont également été analysés pour les tissus de chanvre.

Nomenclature	Caractéristiques tissus				
	Nature	Type	Grammage (g/m²)	Etuvage	Traitements
T1	Verre	Taffetas 1/1	313 ± 1	Aucun	Aucun
T3	Lin	Taffetas 4/4	264 ± 1	40°C	Aucun
T5a	Chanvre	Taffetas 4/4	125 ± 1	40°C	Aucun
T5b	Chanvre	Taffetas 4/4	193 ± 1	Aucun	Aucun
T5b-40	Chanvre	Taffetas 4/4	199 ± 1	40°C	Aucun
T5b-105	Chanvre	Taffetas 4/4	181 ± 1	105°C	Aucun
T5b-t1	Chanvre	Taffetas 4/4	184 ± 1	40°C	NaOH
T5b-t2	Chanvre	Taffetas 4/4	213 ± 1	40°C	NaOH + H_20_2
T6-40	Chanvre	Taffetas 4/4	267 ± 1	40°C	Aucun
T6-t1	Chanvre	Taffetas 4/4	267 ± 1	40°C	NaOH

Tableau 2.6. Nomenclature des tissus étudiés.

La microstructure des tissus est de type taffetas 1/1 pour les tissus de verre et taffetas 4/4 pour les tissus de lin et de chanvre (Figure 2.33). Les tissus de lin et de chanvre ont été réalisés sur un métier à tisser manuel par la société Lin et L'autre.

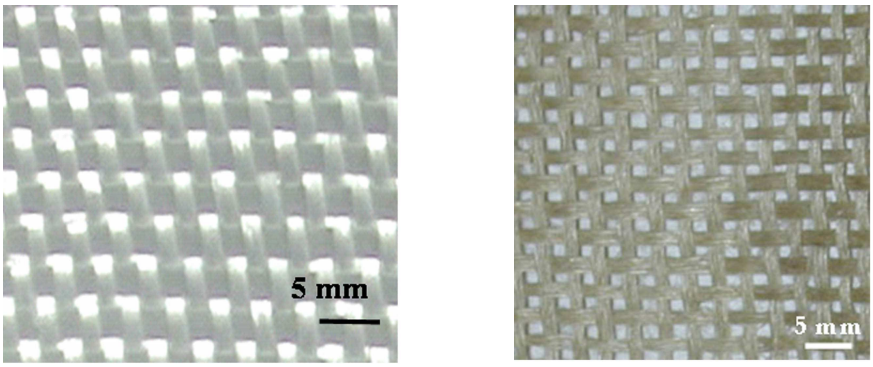
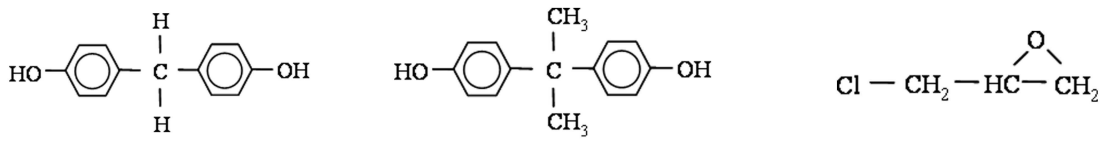


Figure 2.33 : Microstructure des tissus de (a) verre, (b) chanvre.

II.1.3.2 Composition et mise en œuvre de la résine

La résine utilisée est une époxy de type EPOLAM 2022 fournie par AXSON et mise en œuvre par l'entreprise VALAGRO. Les polymères thermodurs époxydes sont fabriqués par polymérisation de monomère époxyde avec un agent de réticulation, le durcisseur.

La résine utilisée se compose de bisphénol-A-épichlorhydrine (~20%, A pour acétone) et de bisphénol-F-épichlorhydrine (~80%, F pour formol) (Figure 2.34). Ces deux composants présentent un groupe époxy à chaque extrémité de la chaîne pouvant former une liaison avec un composant du durcisseur. Le bisphénol et l'épichlorhydrine réagissent en présence de soude afin de former une seule chaîne qui constituera la résine.



(a) **(b)** **(c)**

Figure 2.34 : Formules semi développées du (a) bisphénol F, (b) bisphénol A et (c) de l'épichlorydrine.

Après réaction, la résine est donc composée de Bisphénol-F-épichlorhydrine et de Bisphénol-A-épichlorhydrine (Figure 2.35).

(a)

(b)

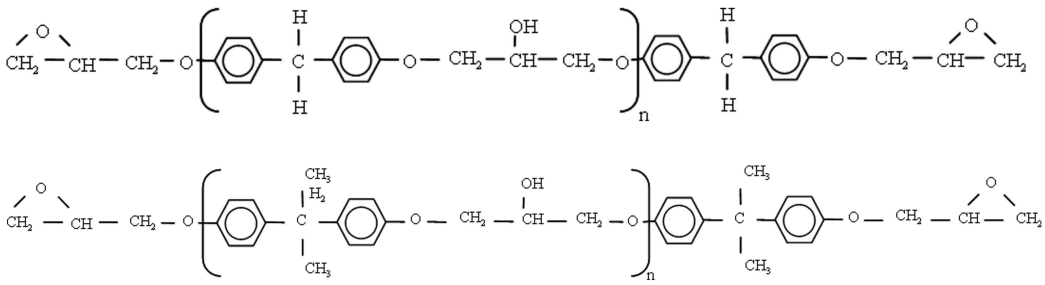
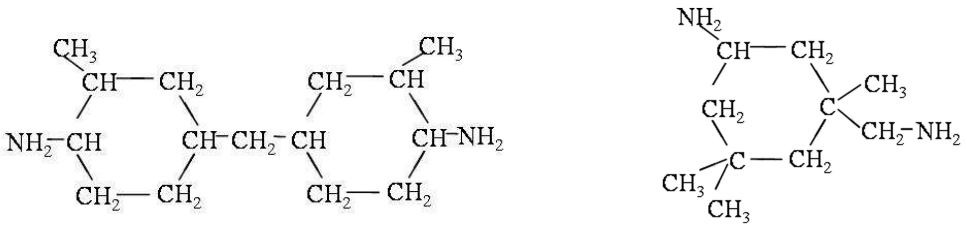


Figure 2.35 : Formules semi développées des composants de la résine (a) Bisphénol-F-épichlorhydrine (b) Bisphénol-A-épichlorhydrine.

Les monomères époxydes sont caractérisés par le groupe époxy qui, en réagissant avec des produits présentant un hydrogène mobile s'ouvrira en offrant une possibilité de liaison. Ces groupes époxy sont très réactifs, ils peuvent réagir avec un grand nombre de substances. Dans le cas de l'EPOLAM 2022 étudiée, le durcisseur utilisé fait partie des polyamines aromatiques et se base sur un dérivé de diaminodiphénylméthane (~20%) et de l'isophrone diamine (~80%) .



(a) **(b)**

Figure 2. 36 : (a) Dérivé de diaminodiphénylméthane : $C_{15}H_{30}N_2$ (b) Isophrone diamine : $C_{10}H_{22}N_2$.

La densité de la résine époxy étudiée a été évaluée grâce aux mesures de densimètrie présentée au paragraphe I.1.3. Le cycle de polymérisation de la résine époxy recommandé par AXSON consiste à effectuer une réticulation de 24 heures à 20°C puis de 4 heures à 50°C, 2 heures à 80°C et enfin de 2 heures à 100°C. Cependant, le dernier palier de deux heures à 100°C conduit à une réticulation incomplète de la résine. Un cycle de polymérisation présentant un dernier palier de cuisson de 4 heures à 100°C a donc été effectué. Il a conduit à une température de transition vitreuse de 84 ± 3°C.

Des essais mécaniques ont ensuite été réalisés sur des échantillons de résine pure élaborés avec une durée du dernier palier de cuisson de deux heures ou de quatre heures. Les courbes sont présentées en Figure 2.37 et les résultats dans le Tableau 2.7.

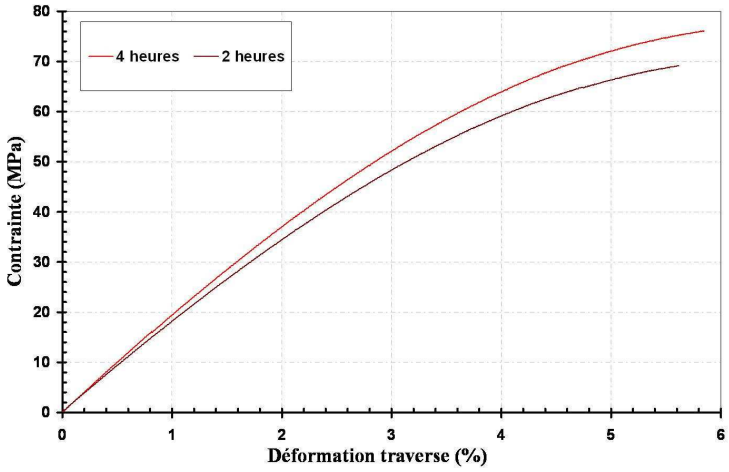


Figure 2.37: Courbes de traction contrainte σ_{xx}/ déformation ε_{xx} avec x axe de traction de la résine EPOLAM 2022 pour deux durées du dernier palier de cuisson.

Résine	Durée du palier à 100°C	Densité D	E (MPa)	σ_{max} (MPa)	$\varepsilon_{trav}^{rupt}$(%)
R1	4h	1,159 ± 0,004	3322 ± 377	69 ± 5,5	6,2 ± 1,6
R2	2h	1,14 ± 0,02	3017 ± 71	67 ± 5	5,1 ± 0,9

Tableau 2.7. Caractéristiques mécaniques de la résine EPOLAM 2022 pour deux durées du palier de cuisson à 100°C.

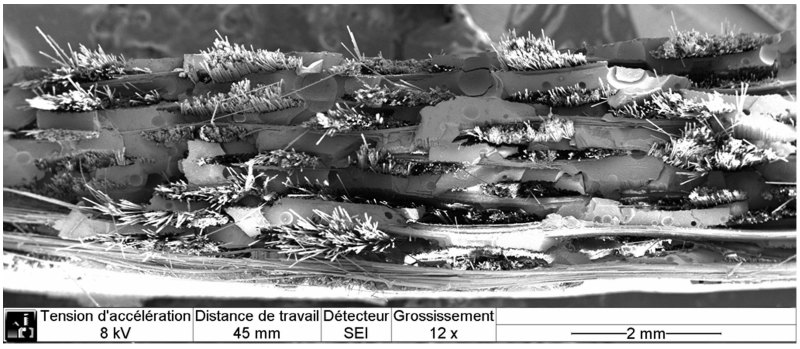
La résine R1 obtenue avec le palier de quatre heures à 100°C possède un module d'Young ainsi qu'une contrainte maximale atteinte légèrement plus élevés (Tableau 2.7). Une étude de l'influence de la durée du dernier palier de cuisson sur le comportement mécanique des composites permettra de valider le choix.

II.1.4 Echelle du composite

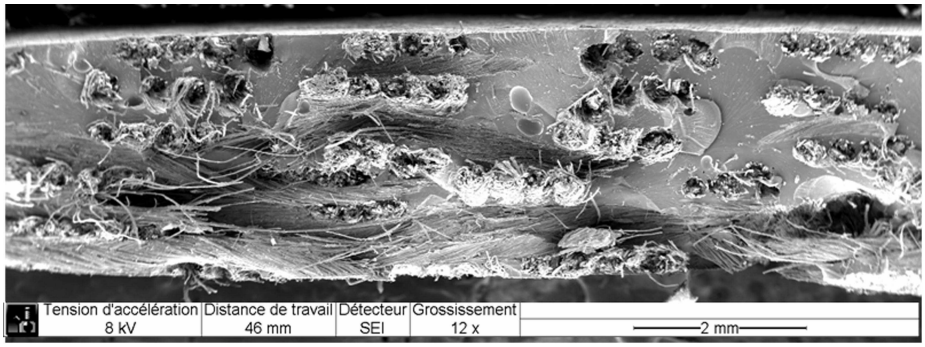
II.1.4.1 Structure des matériaux étudiés

Les composites verre/époxy, lin/époxy et chanvre/époxy sont constitués par un empilement de cinq à sept plis de tissus imprégnés par la matrice époxy. La morphologie des composites a été étudiée par microscopie électronique à balayage (Figure 2.38). Dans les composites verre/époxy, l'alignement rectiligne des fibres de verre est retrouvé (Figure 2.38a). Dans les composites lin/époxy (Figure 2.38b) et chanvre/époxy (Figure 2.38c), les sections des fils de chaîne apparaissent bien circulaires, les alternances 4/4 des fils de chaîne et de trame sont très marquées. Différentes reconstructions de faciès sur des composites $[0/90]_7$ et $[-45/+45]_7$ chanvre/époxy, lin/époxy et verre/époxy sont présentées en Annexe I.

(a)



(b)



(c)

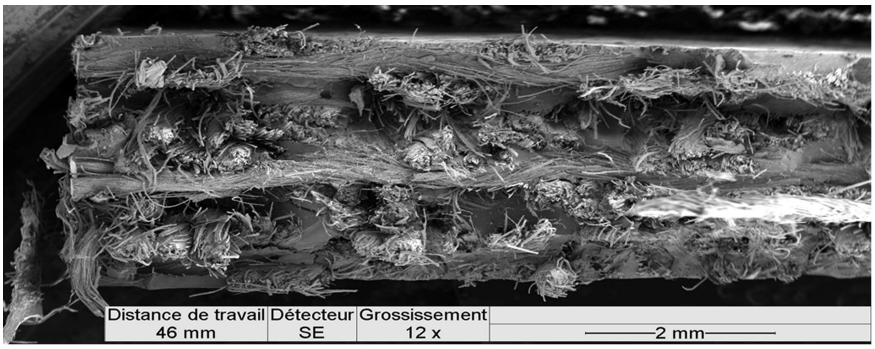


Figure 2.38 : Microstructure de composites $[0/90]_7$ (a) verre/époxy, (b) lin/époxy, (c) chanvre/époxy (MEB).

II.1.4.2 Nomenclature des composites étudiés

Le taux volumique de renfort v_f et le taux massique de renfort m_f dans les composites sont évalués grâce aux équations (32).

$$v_f = 1 - \frac{1}{\rho_m}\left(\rho_C - \frac{n_p G}{e_C}\right) \text{ (a)} \ , \ m_f = \frac{n_P G}{\rho_C e_C} \text{ (b)} \qquad (32)$$

avec ρ_C la masse volumique du composite ;
ρ_M la masse volumique de la matrice ;
n_p le nombre de plis de l'empilement ;
G le grammage du tissu présent dans le composite ;
e_c l'épaisseur du composite.

L'influence sur le taux volumique de fibres de la technique de mise en œuvre, des températures d'étuvage ou encore des traitements a été évaluée pour des composites verre/époxy, lin/époxy et

chanvre/époxy à séquence d'empilement $[0/90]_n$ et $[+45/-45]_n$, la direction 0° correspondant aux fils de chaîne (Tableau 2.8).

Composites	Renfort-tissu	Mise en œuvre des composites			Caractéristiques des composites	
	Type	Séquence d'empilement	Dernier palier (h)	Procédé de fabrication	Densité du composite D	vf (%)
C1	T1	$[0/90]_7$	2	Moulage sous pression	1,50 ± 0,11	39 ± 4
C2	T1	$[0/90]_7$	4	Moulage sous pression	1,48 ± 0,09	41 ± 4
C3	T1	$[0/90]_5$	4	Moulage sous pression	1,376 ± 0,002	26 ± 4
C4	T1	$[0/90]_7$	4	Infusion	1,737 ± 0,008	56 ± 4
C5	T1	$[+45/-45]_7$	4	Infusion	1,77 ± 0,02	52 ± 4
C6	T3-40	$[0/90]_7$	4	Moulage sous pression	1,255 ± 0,009	43 ± 4
C7	T3-40	$[+45/-45]_7$	4	Moulage sous pression	1,20 ± 0,02	47 ± 4
C8	T5a-40	$[0/90]_7$	2	Moulage sous pression	1,24 ± 0,1	19 ± 4
C9	T5b-40	$[0/90]_7$	2	Moulage sous pression	1,19 ± 0,02	37 ± 4
C10	T5b-40	$[0/90]_7$	4	Moulage sous pression	1,19 ± 0,01	38 ± 4
C11	T5b-105	$[0/90]_7$	4	Moulage sous pression	1,21 ± 0,01	33 ± 4
C12	T5b-40	$[0/90]_7$	4	Infusion	1,22 ± 0,02	33 ± 4
C13	T5b-40	$[+45/-45]_7$	4	Infusion	1,19 ± 0,02	35 ± 4
C14	T5b	$[+45/-45]_7$	4	Moulage sous pression	1,24 ± 0,01	31 ± 4
C15	T5b-40	$[+45/-45]_7$	4	Moulage sous pression	1,21 ± 0,02	37 ± 4
C16	T5b-105	$[+45/-45]_7$	4	Moulage sous pression	1,18 ± 0,04	37 ± 4
C18	T5b-t1	$[+45/-45]_7$	4	Moulage sous pression	1,227 ± 0,006	29 ± 4
C19	T5b-t2	$[+45/-45]_7$	4	Moulage sous pression	1,21 ± 0,02	38 ± 4
C20	T6-40	$[0/90]_7$	4	Moulage sous pression	1,276 ± 0,005	42 ± 4
C21	T6-40	$[0/90]_7$	4	Moulage sous pression	1,289 ± 0,003	55 ± 4
C22	T6-40	$[+45/-45]_7$	4	Moulage sous pression	1,24 ± 0,01	43 ± 4
C23	T6-t1	$[+45/-45]_7$	4	Moulage sous pression	1,31 ± 0,02	37 ± 4

Tableau 2.8. Nomenclature des échantillons et influence du procédé sur le taux volumique de fibres des composites étudiés.

Les résultats présentés dans le Tableau 2.8 montrent que l'augmentation du dernier palier de cuisson de deux heures à quatre heures ne modifie pas le taux volumique de fibres. Dans le cas des composites chanvre/époxy, le taux volumique de fibres augmente avec le grammage du tissu. En effet, les résultats montrent que v_f (C20) >v_f (C10) >v_f (C8). Ce taux volumique est très largement augmenté si l'on diminue l'épaisseur du composite ce qui a été réalisé pour le composite C21. L'ensemble des propriétés mécaniques obtenues pour les différents composites étudiés est présenté en Annexe IV.

II.2. Optimisation des procédés de fabrication

Différents procédés de mise en œuvre ont été utilisés dans cette étude. Le moulage au contact a été utilisé pour élaborer les plaques de résine pure ainsi que les composites monofilamentaires. Les

techniques de moulage sous pression et d'infusion ont été mises en œuvre pour élaborer les matériaux composites. Une étude comparative de ces deux dernières techniques a été réalisée afin d'obtenir un procédé de mise en œuvre optimisé pour les matériaux de cette étude.

II.2.1 Techniques de mise en forme

Les plaques de résine pure et de composites monofilamentaires ont été mises en œuvre par l'entreprise VALAGRO par la technique de moulage au contact. Ce procédé consiste à réaliser une coulée de la résine dans un moule contenant les renforts si nécessaires. Dans le cas des composites monofilamentaires, un moule spécifique a été conçu et réalisé par l'entreprise VALAGRO afin de pouvoir disposer préalablement les fils en tension.

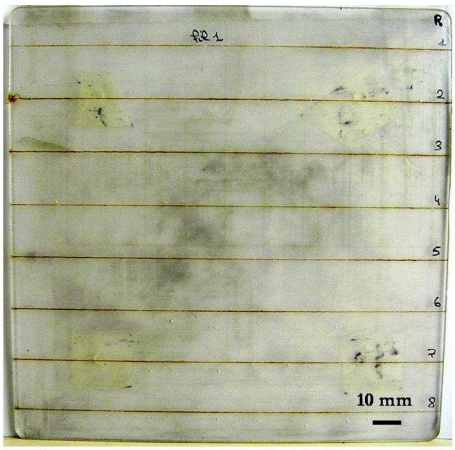


Figure 2.39 : Elaboration de composite monofilamentaire par moulage au contact (réalisation d'une plaque).

La mise en œuvre des composites à renfort tissu a été réalisée au moyen des techniques de moulage sous pression par l'entreprise VALAGRO et d'infusion par le CRITT Matériaux de Rochefort.
Dans la technique de moulage sous pression, un démoulant SILPACK est dispersé sur le moule. Une cale est mise en place pour obtenir l'épaisseur souhaitée puis les sept couches de renfort sont déposées avant la fermeture du moule. Une mise sous vide du dispositif est nécessaire jusqu'à obtention d'une pression de l'ordre de 5mbar. La résine préalablement mélangée est alors introduite au moyen du piston d'injection (Figure 2.40).

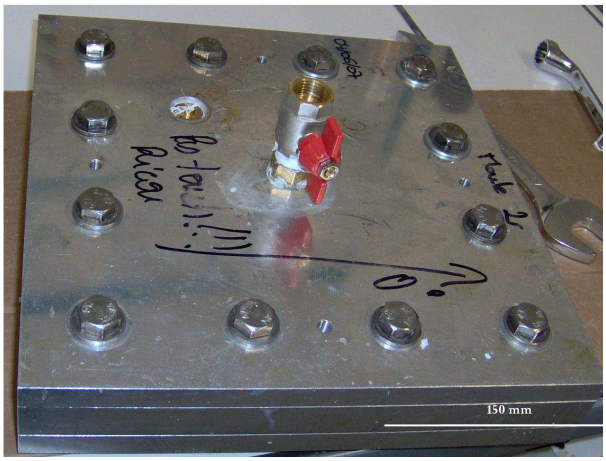


Figure 2.40 : Elaboration de composite par moulage sous pression (réalisés par l'entreprise VALAGRO) (moule de mise en œuvre).

Dans la technique d'infusion, les renforts sont placés sous une bâche sous laquelle le vide est réalisé. Le mélange résine-durcisseur est envoyé au cœur des renforts sous la bâche de sorte que le mélange imprègne les renforts de façon progressive (Figure 2.41).

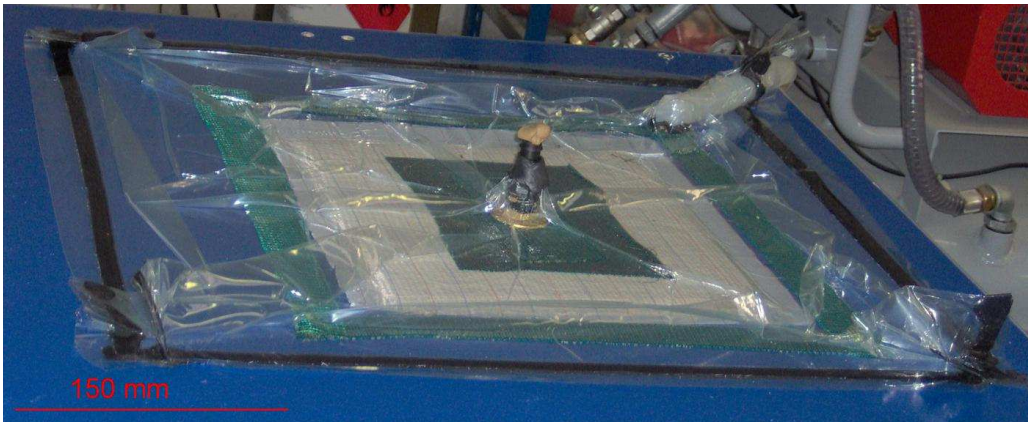


Figure 2.41 : Elaboration de composites par infusion réalisés par le CRITT Matériaux de Rochefort.

Les propriétés obtenues par les deux procédés de mise en forme ont été comparées.

II.2.1.1 Comportement mécanique des composites

Des essais de traction ont été réalisés sur les composites chanvre/époxy $[0/90]_7$ mis en forme par les deux techniques, moulage sous pression ou infusion, et sont présentés dans le Tableau 2.9.
Afin de permettre une comparaison des paramètres mécaniques indépendamment du taux de fibres dans les composites, les modules et les contraintes maximales spécifiques ont systématiquement été calculés.

Composites	v_f (%)	Densité D	E (MPa)	σ_{max} (MPa)	$\varepsilon_{trav}^{rupt}$(%)	E/D (MPa)	σ_{max}/D (MPa)
C12 (infusion)	33 ± 4	1,22± 0,02	11102 ± 1722	99,9 ± 0,8	1,8 ± 0,1	9099 ± 1445	81,9 ± 0,7
C10 (moulage sous pression)	38 ± 4	1,19 ± 0,01	12433 ± 839	113 ± 12	1,7 ± 0,3	10452 ± 705	96 ± 11

Tableau 2.9. Caractéristiques mécaniques de composites chanvre/époxy $[0/90]_7$ pour des mises en œuvre différentes.

Etant donné la dispersion, les résultats montrent des caractéristiques mécaniques similaires pour les composites chanvre/époxy $[0/90]_7$ réalisés par moulage sous pression et par infusion. Afin de tester plus particulièrement l'interface fibre/matrice, des composites $[+45/-45]_7$, dans lesquels le cisaillement est prépondérant ont également été testés. Les essais de traction réalisés sur composites chanvre/époxy $[+45/-45]_7$ sont présentés dans le Tableau 2.10.

Composites	v_f (%)	Densité D	E (MPa)	σ_{max} (MPa)	$\varepsilon_{trav}^{rupt}$(%)	E/D (MPa)	σ_{max}/D (MPa)
C13 (infusion)	35 ± 4	1,19± 0,02	4690 ± 179	58 ± 3	3,1 ± 0,2	3933 ± 150	49 ± 2
C15 (moul. ss. pres.)	37 ± 4	1,21 ± 0,02	5731 ± 469	59 ± 5	3,6 ± 0,5	4724 ± 386	49 ± 4

Tableau 2.10. Caractéristiques mécaniques de composites chanvre/époxy $[-45/+45]_7$ pour des mises en oeuvre différentes.

Les résultats montrent que les caractéristiques mécaniques des deux types de composites sont similaires, seule la rigidité des composites chanvre/époxy $[+45/-45]_7$ réalisés par moulage sous pression est légèrement supérieure à celle des composites chanvre/époxy $[+45/-45]_7$ infusés. Il semblerait donc que le procédé par moulage sous pression favorise un meilleur comportement en cisaillement.

II.2.1.2 Analyse calorimétrique

Des analyses calorimétriques ont également été effectuées sur les composites chanvre/époxy $[0/90]_7$ élaborés par les deux procédés. Pour chaque matériau, la température de transition vitreuse de la résine, caractéristique de la réticulation de la résine, a été déterminée et est présentée dans le Tableau 2.11 : températures de transition vitreuse au premier chauffage (Tg_1) et au second chauffage (Tg_2).

Composites	Tg_1(°C)	Tg_2(°C)
C12 (infusion)	88 ± 3	97 ± 3
C10 (moul. ss. press.)	81 ± 3	93 ± 3

Tableau 2.11. Analyse calorimétrique de composites chanvre/époxy $[0/90]_7$ élaborés par deux procédés différents

Les résultats de l'analyse calorimétrique montrent une température de transition vitreuse des composites chanvre/époxy $[0/90]_7$ réalisés par infusion supérieure à celle des composites moulés sous

pression. Cependant, dans les deux cas, l'augmentation de température de transition vitreuse indique que la réticulation n'est pas achevée. De plus, les résultats précédents ont montré que cette différence n'entraîne pas de conséquences notables sur les caractéristiques mécaniques des composites testés à température ambiante. Dans ce travail, les conséquences de ces différences de températures de transition vitreuse n'ont pas été étudiées en durabilité ou sous une exposition en température.

II.2.1.3 Observations microstructurales des faciès

Pour terminer la comparaison de ces deux procédés de fabrication, des observations microstructurales ont été effectuées sur les différents composites obtenus. Globalement, lorsque l'on compare les faciès de rupture des composites $[+45/-45]_7$ élaborés par moulage sous pression ou par infusion, aucune différence notable n'est détectée (Figure 2.42 et Figure 2.43). La même constatation a été faite sur les composites $[0/90]_7$ moulé ou infusé.

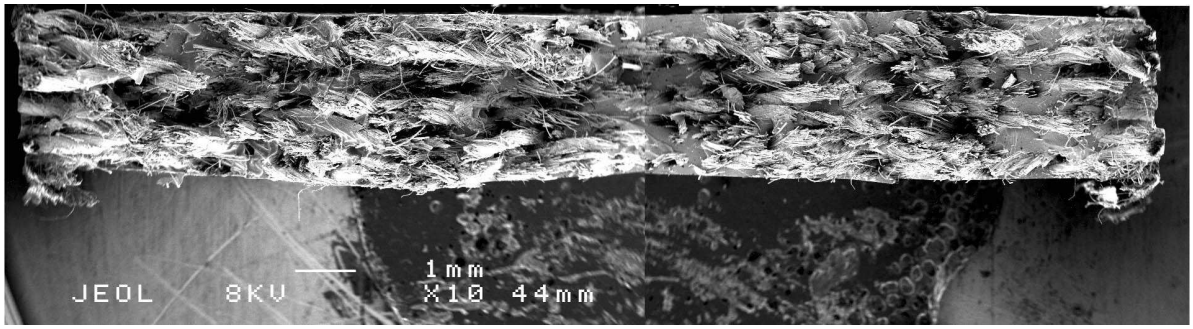


Figure 2.42 : Faciès de rupture observés au microscope électronique à balayage, composite chanvre/époxy $[+45/-45]_7$ élaboré par moulage sous pression (C15).

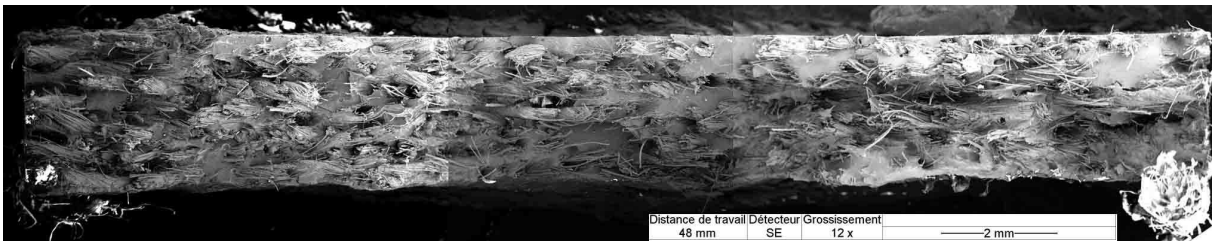
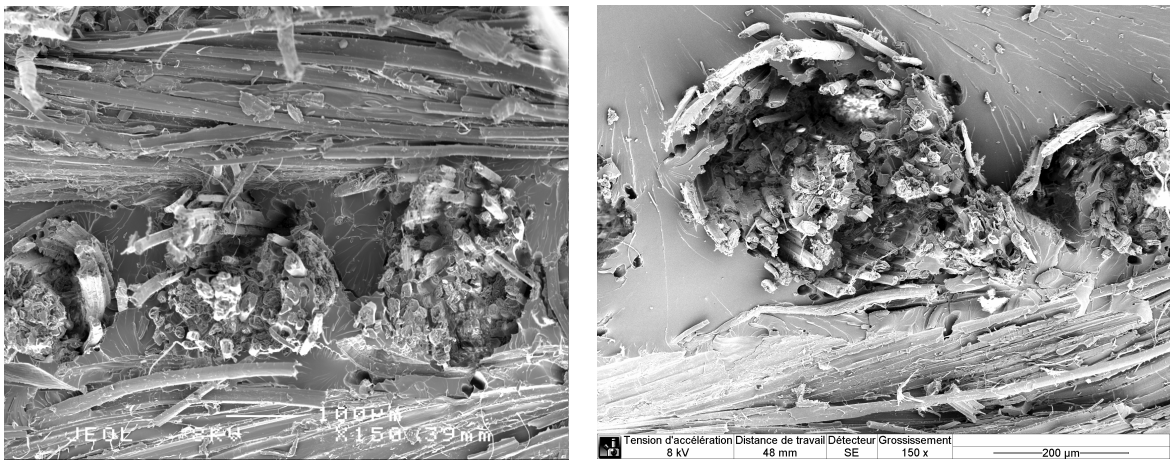


Figure 2.43 : Faciès de rupture observés au microscope électronique à balayage, composite chanvre/époxy $[+45/-45]_7$ élaboré par infusion (C13).

Plus localement, dans tous les cas, des modes d'endommagement similaires sont observés : des arrachages de fibres dans les fils, des ruptures de fibres, des zones de rupture fragile de matrice (Figure 2.44).



(a) **(b)**

Figure 2.44 : Faciès de rupture observés au microscope électronique à balayage sur des composites chanvre/époxy $[0/90]_7$, a) moulés sous pression, b) infusés.

La différence des procédés d'élaboration ne semble donc pas modifier le processus d'endommagement et de rupture de ces composites.

II.2.1.4 Bilan sur la comparaison des procédés de mises en oeuvre

Deux types de procédés de mise en oeuvre des composites ont été testés : l'infusion et le moulage sous pression. La technique d'infusion est la plus communément utilisée par les industriels car elle permet de fabriquer des plaques de composites sans limite de taille. Cependant, le contrôle de l'épaisseur et donc du taux volumique de fibres reste problématique dans cette technique par rapport à la technique de moulage sous pression. L'état de surface des plaques réalisées par infusion est également moins homogène que celui des plaques réalisées par la technique de moulage sous pression. De plus, la technique d'infusion nécessite l'utilisation de 30% de résine en plus et les résultats obtenus ont montré que ces procédés avaient peu d'influence sur les propriétés mécaniques des composites étudiés. Finalement, le procédé d'élaboration par moulage sous pression a donc été retenu pour tous les composites étudiés.

II.2.2 Optimisation du cycle de polymérisation

Afin d'optimiser le cycle de polymérisation de la résine, deux durées du dernier palier de cuisson à 100°C ont été testées : deux heures et quatre heures. L'étude précédemment réalisée sur la résine seule a validé le protocole de polymérisation avec le dernier palier de quatre heures. Cependant, il convient de vérifier si cette durée est également optimale pour les composites.

II.2.2.1 Influence des derniers paliers de cuisson sur la réticulation de la résine

Des mesures de DSC ont été réalisées à peau, sur des échantillons prélevés à la surface des éprouvettes, et à cœur, sur des échantillons extraits au cœur de l'épaisseur des éprouvettes, pour des composites présentant le même taux volumique de fibres.

Composites	Localisation	Tg1 (°C)	Tg2 (°C)
C9 (2h)	peau	72 ± 1	92± 1
	cœur	71 ± 1	91 ± 1
C10 (4h)	peau	81± 1	93± 1
	cœur	82 ± 1	94± 1

Tableau 2.12. Détermination des températures de transition vitreuse au premier et au second chauffage selon la durée du palier de cuisson à 100°C [141].

Le Tableau 2.12 confirme qu'une réticulation plus élevée de la résine dans le composite est obtenue lorsque le dernier palier de cuisson est de quatre heures (81°C contre 71°C pour un palier de deux heures). De plus, les résultats montrent qu'il n'y pas de différences notables de réticulation de la résine à peau et à cœur des éprouvettes de composites.

II.2.2.2 Conséquences sur le comportement mécanique des composites

A l'échelle du composite, les résultats présentés dans le Tableau 2.13 montrent que l'augmentation de durée du dernier palier de cuisson ne modifie pas leurs caractéristiques mécaniques en traction.

Composites	v_f (%)	Densité D	E (MPa)	σ_{max} (MPa)	$\varepsilon_{trav}^{rupt}$(%)	E/D (MPa)	σ_{max}/D (MPa)
C9(2h)	37 ± 4	1,19 ± 0,02	12237 ± 1711	115 ± 9	1,7 ± 0,2	10240 ± 1432	96 ± 7
C10 (4h)	38 ± 4	1,19 ± 0,01	12433 ± 839	113 ± 12	1,9 ± 0,3	10452 ± 705	96 ± 10

Tableau 2.13 : Caractéristiques mécaniques en traction de composites tissés de chanvre $[0/90]_7$ avec deux durées de cuisson à 100°C différentes.

Cette étude a également été menée sur des composites verre/époxy. De même, pour ces composites, l'augmentation de la durée du dernier palier de cuisson de 2H à 4H n'entraîne pas de conséquences sur les caractéristiques mécaniques en traction des composites (Tableau 2.14).

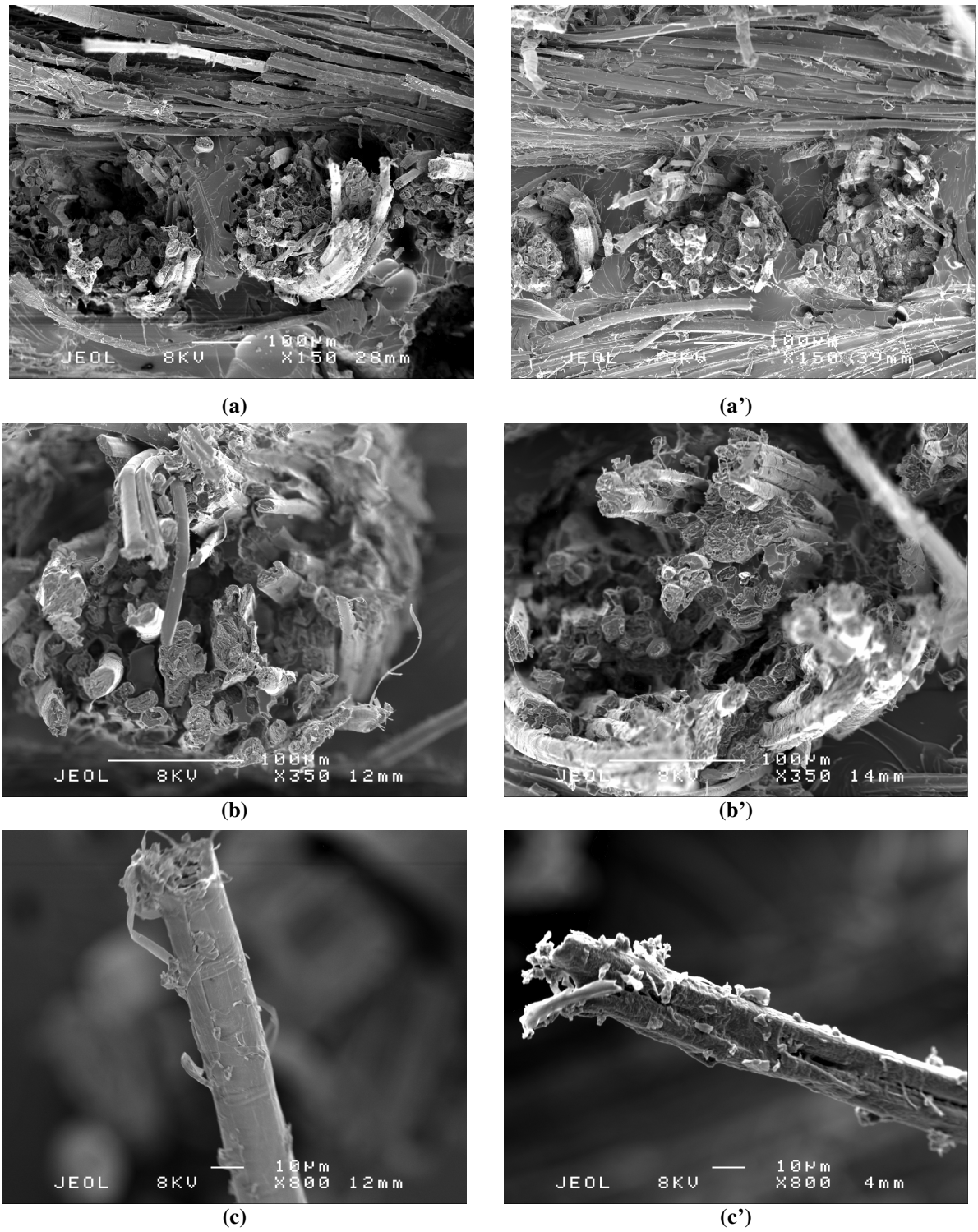
Composite	v_f (%)	Densité D	E (MPa)	σ_{max} (MPa)	$\varepsilon_{trav}^{rupt}$(%)	E/D (MPa)	σ_{max}/D (MPa)
C1 (2h)	39 ± 4	1,50 ± 0,11	25572 ± 572	222 ± 36	2,6 ± 0,6	17048 ± 381	148 ± 24
C2 (4h)	41 ± 4	1,48 ± 0,09	26973 ± 613	196 ± 20	2,1 ± 0,2	18207 ± 413	132 ± 13

Tableau 2.14. Caractéristiques mécaniques en traction de composites tissés de verre avec deux durées de palier de cuisson à 100°C différentes.

II.2.2.3 Observations microstructurales des faciès

Les faciès de rupture élaborés avec une durée du dernier palier de cuisson de deux heures et de quatre heures à 100°C ont été observés au microscope électronique à balayage. La Figure 2.45 présente la comparaison des observations réalisées sur ces deux composites à différentes échelles : à l'échelle du pli (a et a'), du fil (b et b') et de la fibre (c et c').

Palier 2 heures **Palier 4 heures**



(a) **(a')**

(b) **(b')**

(c) **(c')**

Figure 2.45 : Observation au microscope électronique à balayage de composites chanvre/époxy $[0/90]_7$: C9 (durée palier 2h à 100°C) et C10 (durée palier 4h à 100°C).

Les observations réalisées ne permettent pas de dégager une influence de la durée du dernier palier de cuisson à 100° C sur les mécanismes d'endommagement et de rupture des composites.

II.2.2.4 Bilan sur l'influence du dernier palier de cuisson.

Cette étude a montré que le fait de doubler la durée du dernier palier de cuisson à 100°C des composites étudiés (de deux heures à quatre heures) n'entraîne pas de différences notables sur leurs propriétés mécaniques et leurs mécanismes de rupture. Cette augmentation permet cependant d'augmenter la rigidité de la résine seule et d'obtenir une meilleure réticulation de la matrice dans les composites (avec une température de transition vitreuse augmentée de 10°C). C'est pourquoi, ce travail sera réalisé sur des composites élaborés avec un dernier palier de cuisson d'une durée de quatre heures à 100°C.

Bilan sur les techniques utilisées et les matériaux étudiés.

Les différentes techniques utilisées dans cette étude ont été présentées. La microstructure des différents matériaux est étudiée au moyen d'analyses calorimétriques et de mesures de densité couplées à des observations microscopiques. Les essais mécaniques et leurs instrumentations ont été adaptés pour répondre aux difficultés inhérentes aux tests de chacune des échelles de la microstructure des composites étudiés. De plus, des éprouvettes spécifiques ont été développées pour la caractérisation de l'interface fibre/matrice. Différentes méthodes de dépouillement spécifiques sont utilisées dans cette étude telles que la photoélasticimétrie, la mesure des déformations par intercorrélation d'images numériques ou encore la technique d'émission acoustique. Pour s'adapter aux matériaux étudiés, de nombreuses analyses menées au cours de ces travaux ont eu recours aux traitements statistiques.

Les structures des fibres et des fils de verre, de lin et de chanvre ont été comparées. Cette analyse a révélé la complexité de la microstructure des fibres naturelles et des fils constitués d'un enroulement

des fibres en spirale. Les composites verre/époxy, lin/époxy et chanvre/époxy étudiés se composent de sept plis de tissus de type taffetas imprégnés dans une résine époxy. L'influence de deux procédés de fabrication : l'infusion et le moulage sous pression, a été étudiée. Les tests effectués ont permis de valider la technique de moulage sous pression associée à un cycle de cuisson optimisé pour la fabrication des composites étudiés.

PARTIE 3 : COMPORTEMENT MECANIQUE A DIFFERENTES ECHELLES ET ENDOMMAGEMENT

Chapitre I. Comportement mécanique des composites chanvre/époxy à différentes échelles-Comparaison avec des composites à fibres de lin et de verre - 107 -

I.1. Comportement mécanique des différentes échelles de la microstructure ..... - 108 -

I.1.1 Influence des paramètres de culture ..... - 108 -

I.1.2 Fibres utilisées dans les composites étudiés ..... - 115 -

I.1.3 Fils utilisés dans les composites étudiés ..... - 117 -

I.1.4 Tissus ..... - 126 -

I.1.5 Composites ..... - 126 -

I.2. Rôle des constituants élémentaires dans le comportement macroscopique des composites ..... - 133 -

I.2.1 Modèles analytiques de comportement : des constituants élémentaires aux composites ..... - 133 -

I.2.2 Applications aux composites verre/époxy, lin/époxy et chanvre/époxy ..... - 139 -

Chapitre II. Mécanismes d'endommagement des composites étudiés - 153 -

II.1. Caractérisation du développement de l'endommagement dans les composites ..... - 153 -

II.1.1 Caractérisation de l'endommagement cumulé ..... - 154 -

II.1.2 Caractérisation de la perte de rigidité ..... - 162 -

II.1.3 Comparaison des indicateurs d'endommagement ..... - 166 -

II.2. Caractérisation du développement des endommagements à l'échelle des constituants..... - 167 -

II.2.1 Identification des amplitudes propres aux mécanismes d'endommagement ..... - 168 -

II.2.2 Suivi temporel des mécanismes d'endommagement identifiés dans les composites verre/époxy et chanvre/époxy ..... - 175 -

Bilan sur le comportement mécanique et les mécanismes d'endommagement - 181 -

Chapitre I. Comportement mécanique des composites chanvre/époxy à différentes échelles-Comparaison avec des composites à fibres de lin et de verre

Le but de ce chapitre est de comprendre le comportement mécanique des composites verre/époxy, lin/époxy et chanvre/époxy à renforts tissus. Pour cela, le comportement mécanique de chaque échelle de la microstructure a été analysé. Notamment, l'influence de certains paramètres de culture tels que l'apport en eau, la position dans la tige, le rouissage ou encore l'espèce de la plante sur les propriétés mécaniques de faisceaux de fibres de chanvre a été étudiée. Des analyses statistiques ont été mises en place pour étudier le comportement mécanique de ces faisceaux ainsi que celui des fils de verre, de lin et de chanvre. Les analyses statistiques menées ont permis d'alimenter un modèle analytique caractérisant les propriétés mécaniques des composites chanvre/époxy à partir des propriétés mécaniques de ces constituants élémentaires.

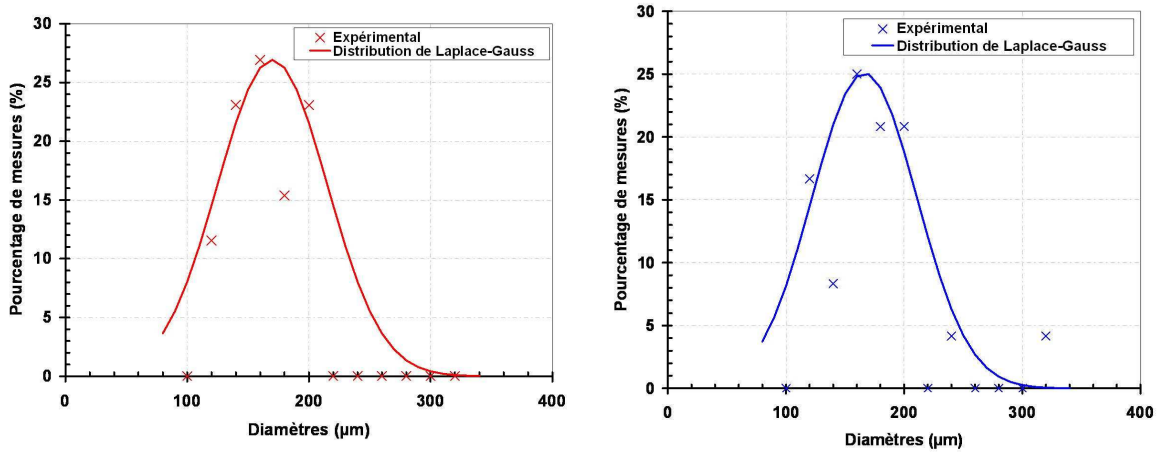
I.1. Comportement mécanique des différentes échelles de la microstructure

I.1.1 Influence des paramètres de culture

I.1.1.1 Influence de l'apport en eau

Des plants de chanvre ont été cultivés en serre au laboratoire PhyMoTs avec deux types d'arrosages : certains plants ont eu une alimentation hydrique non limitante et d'autres plants ont subi un stress hydrique. La croissance des plants s'en est ressentie avec des tiges beaucoup plus hautes et épaisses pour les plants correctement arrosés.

Des faisceaux de fibres ont été extraits de ces deux types de plants pour pouvoir comparer leurs propriétés mécaniques. Tout d'abord, les diamètres des faisceaux de fibres prélevés ont été mesurés. La Figure 3.1 présente les distributions expérimentales des diamètres ainsi que les courbes de Laplace-Gauss associées. L'utilisation de cette loi est validé par le tracé des droites de Henry (Annexe III).



(a) (b)

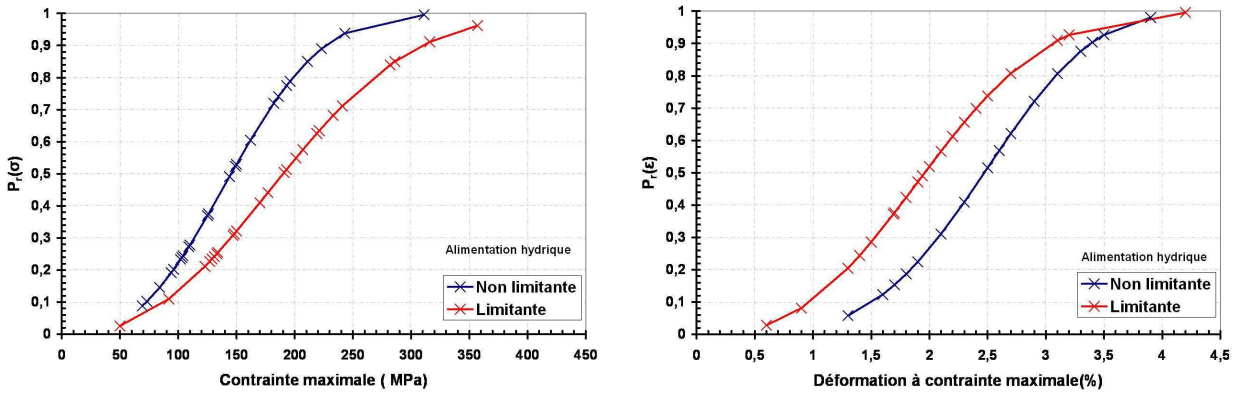
Figure 3.1 :Distribution de Laplace Gauss appliquée aux diamètres des faisceaux de fibres de chanvre pour une alimentation hydrique limitante (a) ou non limitante (b)

Les valeurs des mesures de diamètre sont d'environ 168µm pour les deux types de plants (Tableau 3.1).

Alimentation hydrique	Nombre d'échantillons	Ø (µm) *Estimation Laplace-Gauss*	$m_{\sigma 0}$	σ_0	$m_{\varepsilon 0}$	ε_0
Non limitante	24	166 ± 44	2,706	461,3	3,817	5,604
Limitante	26	170 ± 45	2,46	679,6	2,704	6,247

Tableau 3.1. Données statistiques sur des faisceaux de fibres de chanvre pour différentes alimentations hydriques.

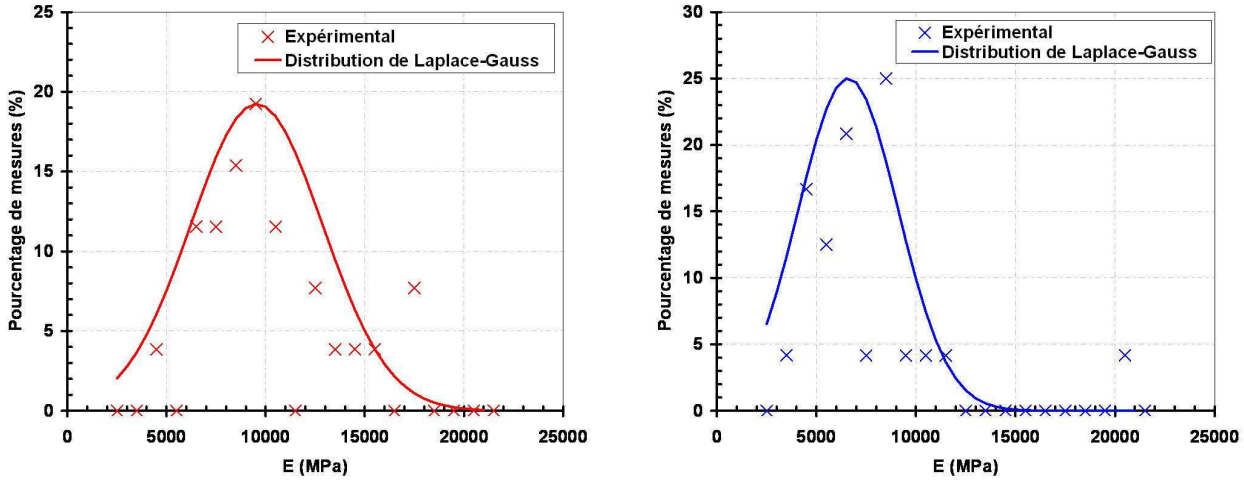
Des essais de traction ont été réalisés sur plus de 20 échantillons de chaque type de plants et ont conduit à la détermination des courbes de Weibull se rapportant à la contrainte maximale et la déformation à contrainte maximale (Figure 3.2).



(a) (b)

Figure 3.2: Statistique de Weibull appliquée aux (a) contraintes maximales et (b) déformations à contraintes maximale de faisceaux de fibres de chanvre avec ou sans stress hydrique

Les paramètres issus des courbes de Weibull sont précisés dans le Tableau 3.1. Une reproductibilité équivalente est constatée dans la distribution des contraintes pour les deux types d'alimentation hydrique (modules de Weibull $m_{\sigma 0}$ équivalents). Par contre, la reproductibilité est légèrement supérieure pour les déformations à contrainte maximale dans le cas des faisceaux de fibres de chanvre ayant subi une alimentation hydrique non limitante (module de Weibull $m_{\varepsilon 0}$ de 3,817 contre 2,704). Les distributions des modules d'Young mesurés pour les deux types de plants de chanvre sont présentées en Figure 3.3 avec les courbes de Laplace-Gauss associées.



(a) (b)

Figure 3.3: Distribution de Laplace-Gauss appliquée aux modules d'Young des faisceaux de fibres de chanvre (a) avec ou (b) sans stress hydrique.

L'ensemble des paramètres déterminés est présenté dans le Tableau 3.2.

Alimentation hydrique	Nombre d'échantillons	E (MPa) *Estimation Laplace-Gaus*	σ_{max} (MPa) *Estimation Weibull*	ε à σ_{max} (%) *Estimation Weibull*
Non limitante	24	6600 ± 2500	122 ± 26	2,1 ± 0,3
Limitante	26	9550 ± 3320	158 ± 38	1,6 ± 0,3

Tableau 3.2. Caractéristiques mécaniques statistiques de faisceaux de fibres de chanvre avec ou sans stress hydrique.

Les résultats présentés dans le Tableau 3.2 montrent un module d'Young et une contrainte maximale atteinte plus élevés pour les faisceaux ayant subi un stress hydrique. Ces faisceaux se caractérisent également par une déformation à rupture plus faible. Dans la littérature, Mwaikambo et al. [93] avaient indiqué que le potentiel d'absorption de l'eau et de l'humidité des fibres conduit à un gonflement et un effet plastifiant induisant une instabilité dimensionnelle et de plus faibles caractéristiques mécaniques. De plus, Mwaikambo et al. précisent que lors de l'intégration des fibres en tant que renfort dans les composites, cette instabilité est responsable de la faible adhésion fibre/matrice. Ces résultats sont donc en accord avec la littérature et conduisent à recommander une alimentation hydrique limitante des fibres utilisées comme renfort dans les matériaux composites.

I.1.1.2 Influence de la position dans la tige

L'influence de la position dans la tige a été étudiée pour des faisceaux de fibres de chanvre extraits du haut, du bas et du milieu de la tige. Les diamètres des différentes faisceaux de fibres prélevés ont tout d'abord été mesurés : ils sont tous voisins de 165 µm (Tableau 3.3). Les essais de traction réalisés sur ces faisceaux ont permis de tracer les statistiques de Weibull pour la contrainte maximale et la déformation à contrainte maximale (Figure 3.4). Les paramètres de Weibull associés sont précisés dans le Tableau 3.3.

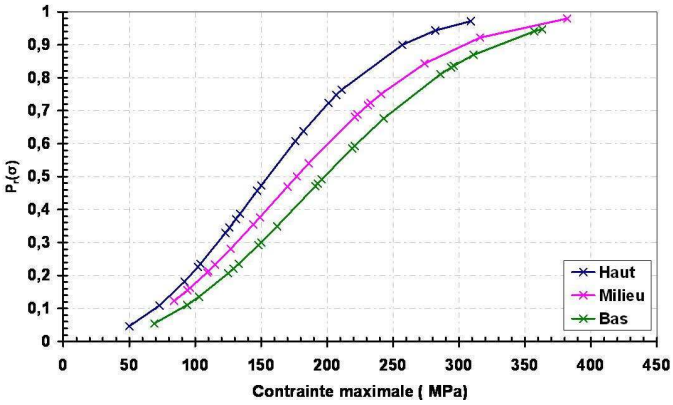
Positions dans la tige	Nombre d'échantillons	Ø (µm) *Estimation Laplace-Gauss*	$m_{\sigma 0}$	σ_0	$m_{\varepsilon 0}$	ε_0
Haut	20	160 ± 28	2,378	577,2	2,400	7,705
Milieu	20	170 ± 40	2,242	714,8	3,142	5,107
Bas	22	160 ± 40	2,387	734,9	2,712	6,584

Tableau 3.3. Données statistiques sur des faisceaux de fibres de chanvre pour différentes positions dans la tige.

Une reproductibilité équivalente dans la distribution des contraintes pour les trois positions dans la tige est obtenue (modules de Weibull $m_{\sigma 0}$ voisins de 2,3). Par contre, il semblerait que la reproductibilité

soit légèrement supérieure pour les déformations à contraintes maximale dans le cas des faisceaux de fibres issus du milieu de la tige (modules de Weibull $m_{\varepsilon 0}$ de 3,1 contre 2,4 et 2,7).

(a)



(b)

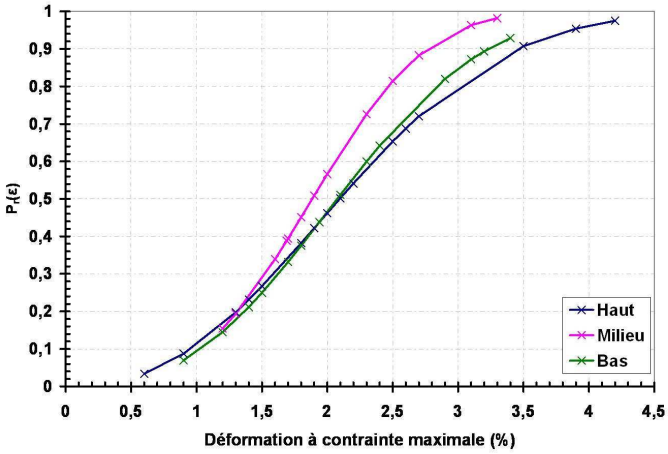
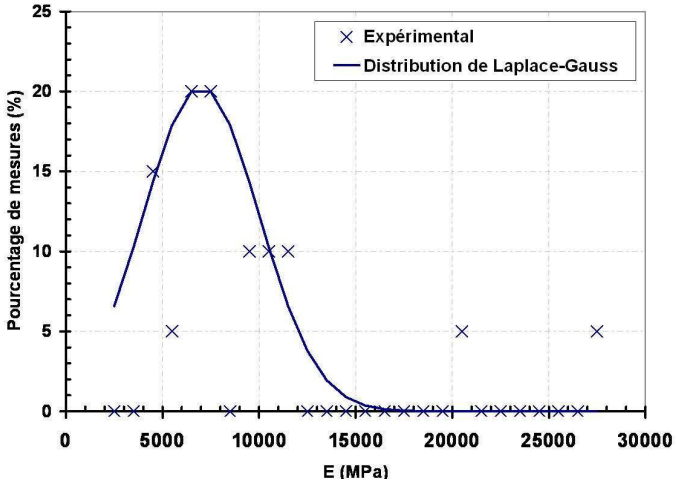
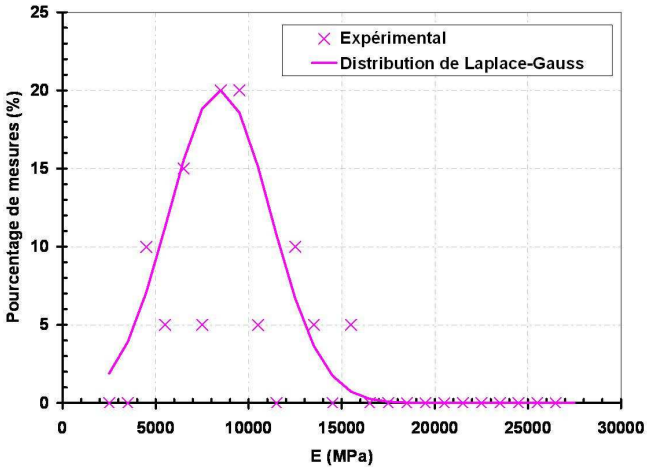


Figure 3. 4: Statistique de Weibull appliquée aux (a) contraintes maximales et (b) déformations à contraintes maximale (b) de faisceaux de fibres de chanvre pour différentes positions dans la tige.

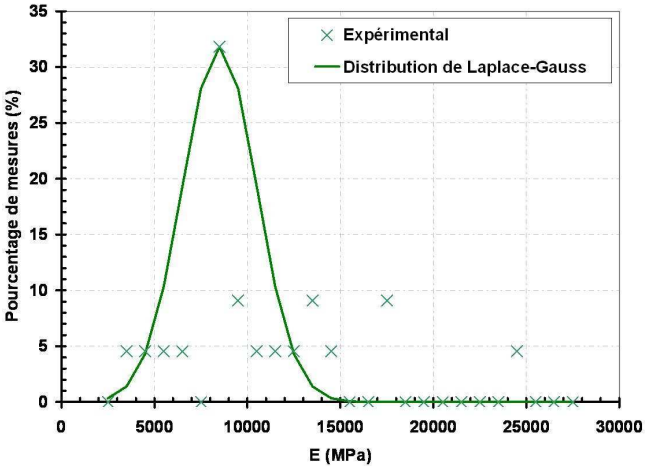
Les modules d'Young des différents faisceaux de fibres ont également été mesurés et sont présentés en Figure 3.5. Le Tableau 3.4 regroupe l'ensemble des paramètres mécaniques déterminés.



(a)



(b)



(c)

Figure 3.5: Distribution de Laplace-Gauss appliquée aux modules d'Young de faisceaux de fibres de chanvre issus du (a) haut (b) milieu et (c) bas de la tige.

Positions dans la tige	Nombre d'échantillons	E (MPa) *Estimation Laplace-Gauss*	σ_{max} (MPa) *Estimation Weibull*	ε à σ_{max} (%) *Estimation Weibull*
Haut	20	7000 ± 3000	124 ± 30	1,6 ± 0,3
Milieu	20	8447 ± 2739	139 ± 35	1,7 ± 0,4
Bas	22	8500 ± 2000	159 ± 38	1,7 ±0,4

Tableau 3.4. Caractéristiques mécaniques statistiques de faisceaux de fibres de chanvre pour différentes positions dans la tige.

Compte tenu de la dispersion des résultats obtenus, le Tableau 3.4 montre des modules d'Young ainsi que des déformations à contrainte maximale semblables pour les faisceaux de fibres de chanvre extraits des différentes positions dans la tige. Seule une légère augmentation de la contrainte maximale semble avoir lieu lorsque l'on descend le long de la tige. Charlet et al. [32] avaient montré que les caractéristiques mécaniques des fibres de lin Hermès issues du milieu et du haut de la tige étaient

supérieures à celles des fibres issues du bas de la tige. Cette différence de résultats peut peut-être s'expliquer par la grande difficulté à réaliser des essais mécaniques sur ce type de matériau, et par la grande dispersion des valeurs obtenues.

I.1.1.3 Influence de l'espèce

Deux espèces de plants de chanvre ont également été cultivées en serre par le PhyMoTS : l'espèce Félina et l'espèce Santhica. L'ensemble des résultats obtenus sur ces deux espèces est présenté en Annexe III. Le Tableau 3.5 présente la synthèse des différentes valeurs qui ont été déterminées sur les faisceaux de fibres prélevés dans ces deux espèces.

Espèce	**Nombre d'échantillons**	**Ø (µm)** ***Estimation Laplace-Gauss***	**E (MPa)** ***Estimation Laplace-Gauss***	**σ_{max} (MPa)** ***Estimation Weibull***	**ε à σ_{max} (%)** ***Estimation Weibull***
Santhica	23	160 ± 40	8500 ± 2000	128 ± 35	1,7 ± 0,3
Félina	27	158 ± 24	6500 ± 2300	149 ± 30	2,1 ± 0,4

Tableau 3.5. Caractéristiques mécaniques statistiques de faisceaux de fibres de chanvre de différentes espèces.

Les résultats montrent que compte tenu des dispersions, il est difficile de formuler des conclusions sur des différences entre les caractéristiques mécaniques des espèces Santhica et Félina de faisceaux de fibres de chanvre.

I.1.1.4 Influence du rouissage

L'influence de la méthode de récolte a été étudiée pour des faisceaux de fibres de chanvre ayant été récoltés avec ou sans rouissage. L'ensemble des courbes obtenues sur ces matériaux est présenté en Annexe III. Le Tableau 3.6 présente une synthèse des résultats.

Rouissage	**Nombre d'échantillons**	**Ø (µm)** ***Estimation Laplace-Gauss***	**E (MPa)** ***Estimation Laplace-Gauss***	**σ_{max} (MPa)** ***Estimation Weibull***	**ε à σ_{max} (%)** ***Estimation Weibull***
Rouie	30	159 ± 41	8500 ± 3000	148 ± 37	1,8 ± 0,3
Non Rouie	32	168 ± 32	9000 ± 3000	141 ± 27	1,6 ± 0,4

Tableau 3.6. Caractéristiques mécaniques statistiques de faisceaux de fibres de chanvre avec ou sans rouissage.

Dans la littérature, différents travaux indiquent que l'étape de rouissage permet la dégradation partielle des pectines, des hémicelluloses et des inter polymères du réseau pariétal [5]. Cette dégradation joue un rôle sur l'ancrage mécanique des fibres naturelles dans les composites [27-28]. Cependant, à l'échelle des propriétés mécaniques sur les faisceaux de fibres, compte tenu de la dispersion des

résultats (Tableau 3.6), les modules d'Young, les contraintes maximales et les déformations à contraintes maximales des faisceaux de fibres de chanvre rouies et non rouies sont équivalents.

I.1.1.5 Bilan sur l'influence des paramètres de culture

En collaboration avec le PhyMoTs, différents paramètres de culture qui auraient pu influencer les propriétés mécaniques des fibres de chanvre ont été étudiés. Les dispersions importantes dans les résultats ont conduit à l'utilisation de la statistique de Weibull et de la distribution de Laplace-Gauss pour évaluer les caractéristiques mécaniques des faisceaux de fibres de chanvre. Les échantillons testés doivent avoir un volume constant pour assurer la validité de l'utilisation de la loi statistique. Pour finaliser cette étude, une analyse de la dépendance au diamètre des caractéristiques mécaniques des faisceaux de fibres de chanvre testés a été menée. La Figure 3.6 présente respectivement la dépendance au diamètre des modules d'Young, contraintes maximales atteintes ou déformations à contraintes maximales des faisceaux de fibres de chanvre, tous lots confondus. Dans les conditions expérimentales définies, une longueur utile et une gamme de diamètre réduite (100 µm à 200 µm) pour assurer un volume constant des éprouvettes, les nuages de points obtenus permettent de conclure que les caractéristiques mécaniques des lots de fibres testées ne présentent pas de dépendance par rapport au diamètre. Ceci assure la validité du cadre d'utilisation des lois statistiques pour l'exploitation de nos résultats expérimentaux.

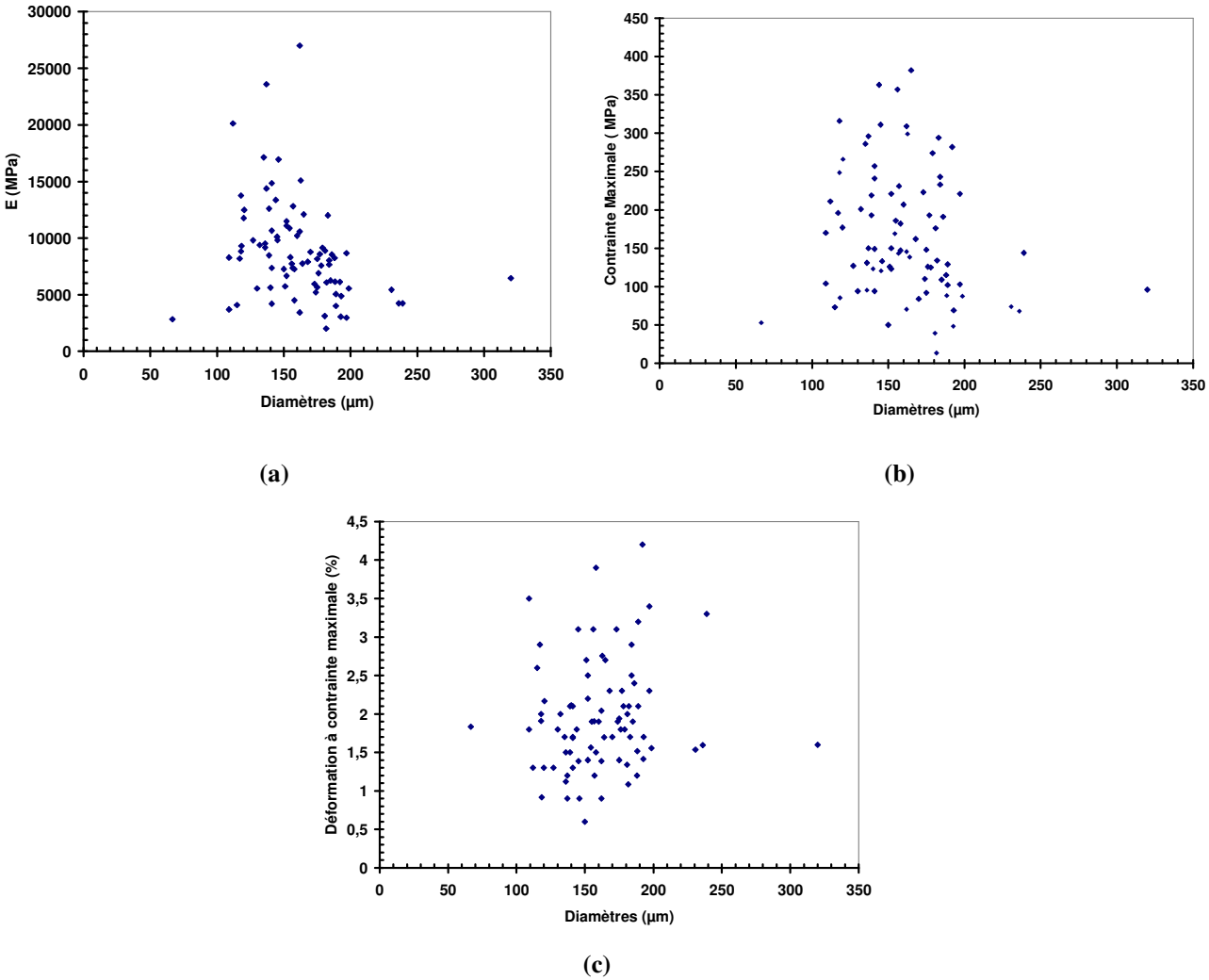


Figure 3.6: Evolution du module d'Young (a), de la contrainte maximale (b) et de la déformation à contrainte maximale (c) en fonction du diamètre des faisceaux de fibres de chanvre.

Les résultats obtenus ne nous ont pas permis d'établir une influence notable de la position dans la tige, de l'espèce ou du rouissage. Toutefois, ces résultats ont mis en évidence une augmentation de la rigidité des fibres de chanvre issues de plants ayant subi un stress hydrique. L'influence de l'alimentation hydrique limitante des fibres sur le comportement final des composites devra être évaluée. Les plants cultivés par le PhyMoTs n'ont pas pu être utilisés pour fabriquer des composites à cause de l'absence de filière industrielle française permettant la transformation de la tige de chanvre en fil. Dans la suite de ce travail, les fils utilisés dans cette étude pour l'élaboration des composites ont donc été achetés.

I.1.2 Fibres utilisées dans les composites étudiés

I.1.2.1 Caractérisation mécanique

Un seul essai de traction a pu être réalisé sur une fibre unitaire de chanvre, en utilisant un analyseur dynamique mécanique (DMA) en mode tension. Cette fibre de diamètre 20µm et de

longueur utile 10 mm a été prélevée dans un fil de chanvre de type F4 et a été soumise à un effort de traction à température constante pilotés en vitesse de déplacement imposée à 500µm/min jusqu'à une force maximale de 0,2 N. L'essai a été interrompu avant rupture de la fibre. La courbe contrainte-déformation obtenue est présentée en Figure 3.7.

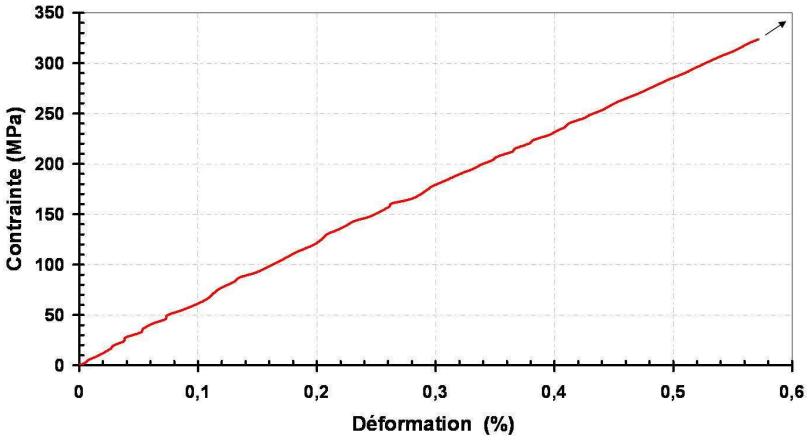


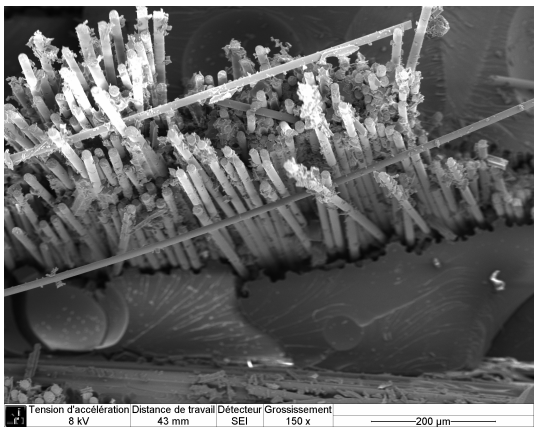
Figure 3.7: Courbe de traction contrainte σ_{xx}/ déformation ε_{xx} sur une fibre de chanvre.

Le module d'Young de cette fibre de chanvre a été mesuré égal à 64400 MPa. Dans la bibliographie, les valeurs du module d'Young des fibres de chanvre sont comprises entre 30000 MPa et 70000 MPa [2,18]. Toutefois, il est probable que, parmi les données de la littérature, la gamme basse des modules d'Young (30000-50000 MPa) corresponde aux modules d'Young de faisceaux de fibres de chanvre et non pas de fibres unitaires. Et la gamme haute (50000-70000 MPa) correspond effectivement au module d'Young de fibres unitaires de chanvre. Le résultat obtenu dans notre étude est donc en bonne adéquation avec la littérature.

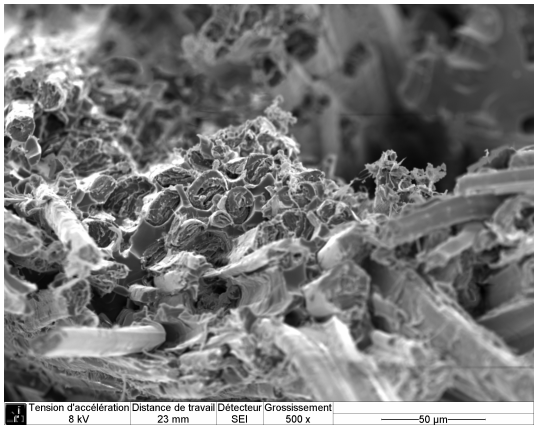
I.1.2.2 Processus de rupture

Les endommagements et les ruptures des fibres ont été analysés grâce à l'observation des faciès de rupture des composites. Les ruptures des fibres de verre sont de type fragile et sont isolées les unes des autres (Figure 3.8a). La rupture des fibres de lin et de chanvre survient sur des faisceaux constitués par un ensemble de plusieurs fibres (Figure 3.8b) et implique une rupture des différentes parois qui composent la fibre (Figure 3.8c).

(a)C4



(b)C6



(c)C15

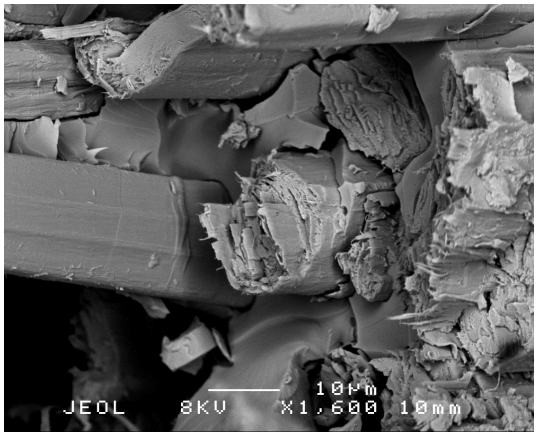


Figure 3.8: Faciès de rupture de composites (a) verre/époxy, (b) lin/époxy et (c) chanvre/époxy : observation de la rupture des fibres.

I.1.3 Fils utilisés dans les composites étudiés

I.1.3.1 Comportement macroscopique en traction

Des essais de traction jusqu'à rupture ont été réalisés sur les différents fils utilisés. Les courbes contrainte-déformation obtenues sont présentées en Figure 3.9. Les fils de verre présentent un

comportement linéaire élastique presque jusqu'à rupture. En fin d'essai, une phase non linéaire accompagnée d'une diminution de la contrainte indique l'imminence de la rupture du fil. Dans le cas des fils de lin ou de chanvre, la courbe contrainte-déformation débute par un pied de courbe, puis par une partie linéaire sur laquelle sera calculé le module d'Young (Figure 3.9).

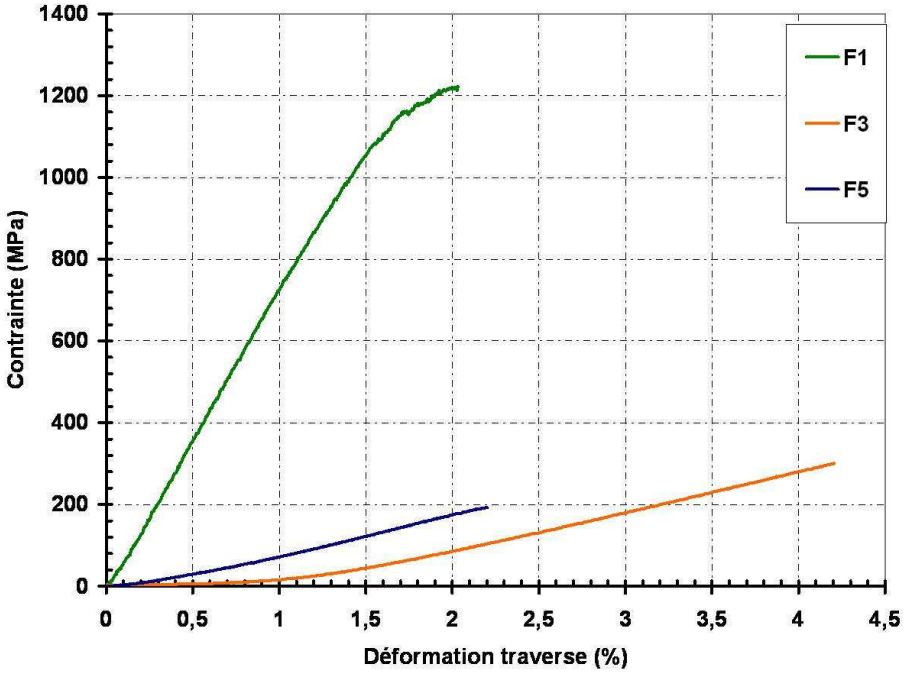


Figure 3.9: Courbes de traction contrainte σxx/ déformation εxx avec x axe de traction. Essai sur fils de verre (F1), de lin (F3) et de chanvre (F5).

Un protocole similaire à celui développé pour les faisceaux de fibres de chanvre a été mis en place pour caractériser les fils de verre, de lin et de chanvre. La statistique de Laplace-Gauss est utilisée pour déterminer le diamètre ainsi que le module d'Young moyens des fils. L'utilisation de cette loi est validée par le tracé des droites de Henry (Annexe III). Elle est complétée par la statistique de Weibull qui est appliquée à la détermination des contraintes maximales et des déformations à contraintes maximales. Ces statistiques de Laplace-Gauss sont mises en place sur 26 mesures pour le fil de verre et 23 mesures sur les fils de lin et de chanvre. La Figure 3.10 présente les résultats obtenus sur les modules d'Young des fils de verre, de lin et de chanvre.

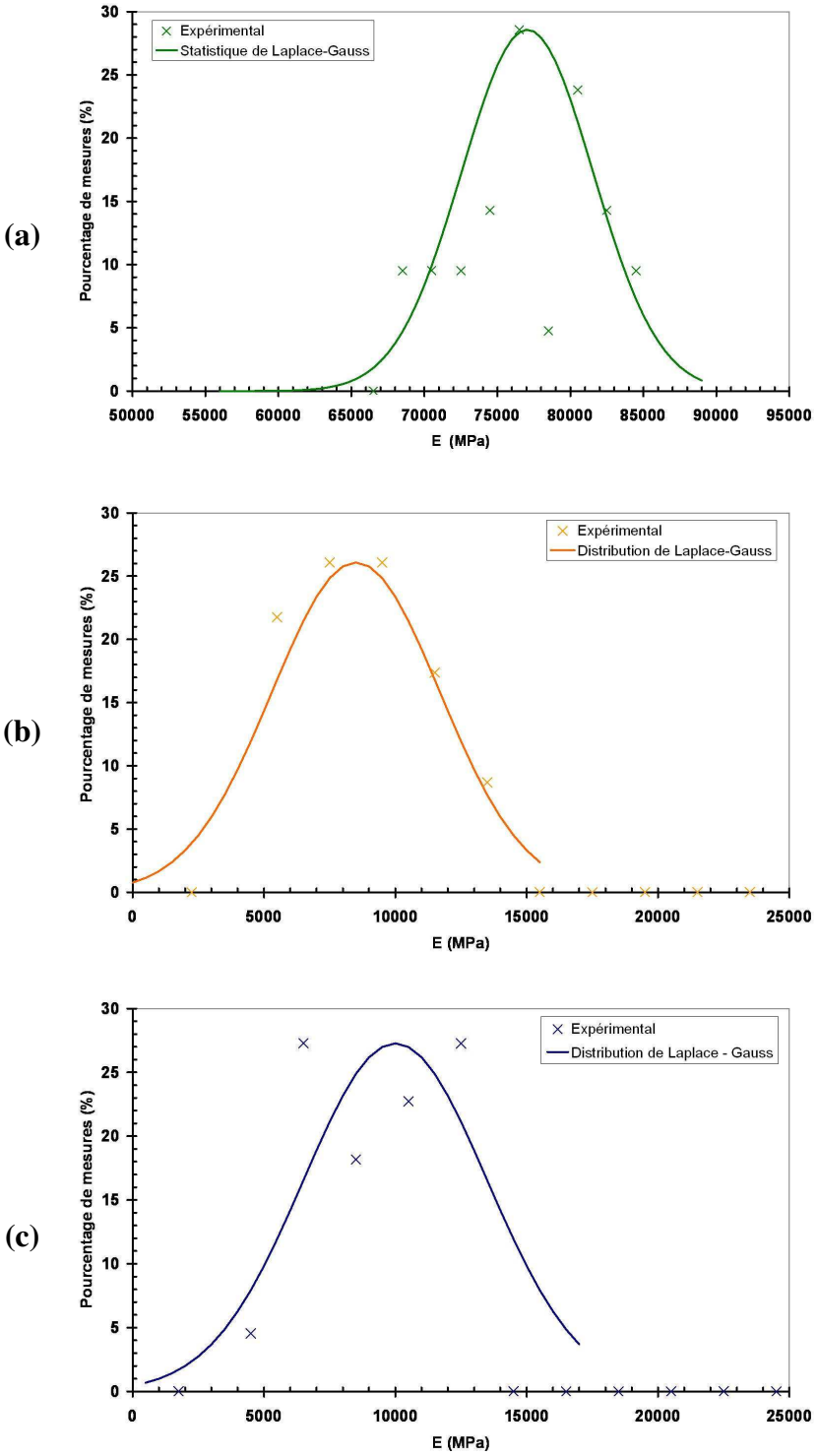


Figure 3.10: Distribution de Laplace-Gauss appliquée aux modules d'Young des fils de (a) verre, (b) lin et (c) chanvre.

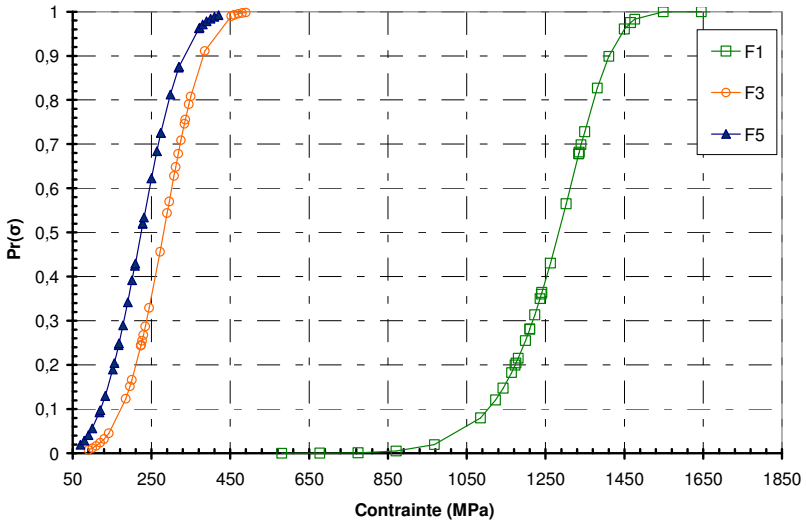
Les Figure 3.11a et Figure 3.11b présentent les courbes statistiques de Weibull obtenues pour la contrainte maximale et la déformation à contrainte maximale. Les paramètres correspondants sont présentés dans le Tableau 3.7.

Fils	Nombre d'échantillons	$m_{\sigma 0}$	σ_0	$m_{\varepsilon 0}$	$\varepsilon 0$
Verre (F1)	26	12,612	1850,2	16,941	2,549
Lin (F3)	23	3,961	610,6	5,085	6,126
Chanvre (F5)	24	3,078	635,4	5,406	4,178

Tableau 3.7. Données statistiques de Weibull sur des fils de verre, de lin et de chanvre.

Les résultats du Tableau 3.7 montrent une reproductibilité équivalente pour le calcul des contraintes maximales et des déformations à contraintes maximales des fils de lin et de chanvre avec des valeurs de $m_{\sigma 0}$ et de $m_{\varepsilon 0}$ entre 3 et 5. Pour les fils de verre, la reproductibilité est nettement supérieure ($m_{\sigma 0}$ et $m_{\varepsilon 0}$ compris entre 12 et 17). Cette différence peut être associée aux dispersions importantes des caractéristiques mécaniques systématiquement observées dans le cas de fibres végétales.

(a)



(b)

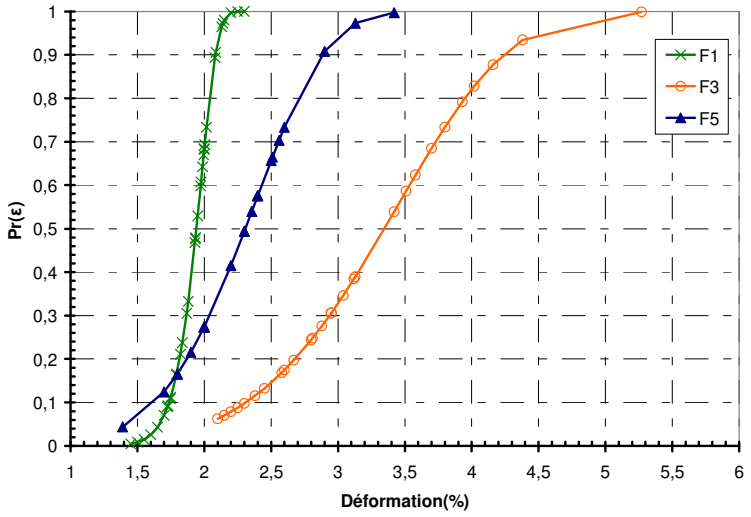


Figure 3.11: Statistique de Weibull appliquée aux (a) contraintes maximales et (b) déformations à contraintes maximale (b) des fils de verre F1, lin F3 et de chanvre F5.

Les paramètres mécaniques déduits de ces courbes sont présentés dans le Tableau 3.8.

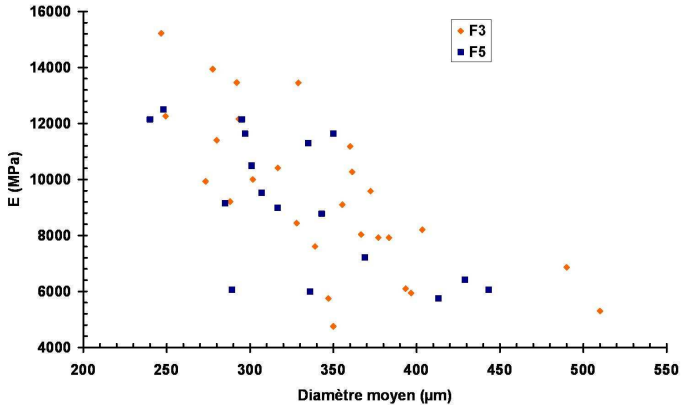
Fils	Densité D	Ø (µm) *Estimation Laplace-Gauss*	E (MPa) *Estimation Laplace-Gauss*	σ_{max} (MPa) *Estimation Weibull*	ε à σ_{max} (%) *Estimation Weibull*
Verre (F1)	2,55	/	77050 ± 4500	1210 ± 79	1,89 ± 0,08
Lin (F3)	0,82	360 ± 80	8500 ± 3200	248 ± 38	3,05 ± 0,3
Chanvre (F5)	1,14	305 ± 60	10000 ± 2500	191± 38	2,1 ± 0,2

Tableau 3.8. Caractéristiques mécaniques statistiques des fils de verre F1, de lin F3 et de chanvre F5.

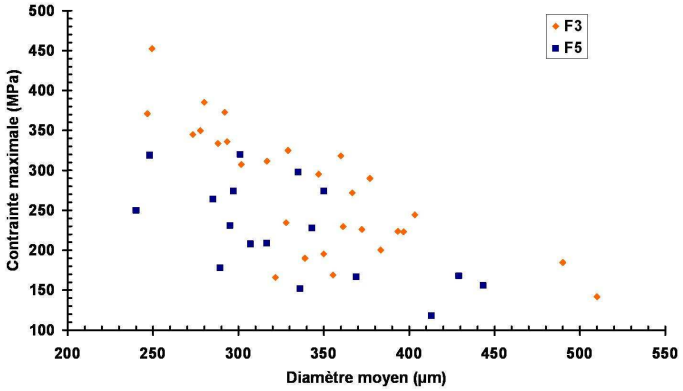
Les résultats montrent que le module d'Young du fil de verre est similaire à celui d'une fibre unitaire de verre, évalué dans la littérature entre 70000 MPa et 75000 MPa [2,34]. Ce résultat est cohérent avec l'arrangement rectiligne des fibres de verre au sein du fil. Au contraire, la contrainte à rupture du fil de verre est diminuée de moitié par rapport à la contrainte à rupture d'une fibre unitaire estimée à 2400 MPa dans la littérature [2,34]. La théorie de Weibull indique en effet que la contrainte maximale d'un faisceau de fibre est toujours inférieure à celle d'une fibre unitaire [134]. De plus, R'Mili et al. [31] ont effectué des essais sur des faisceaux de 2000 fibres de verre et ont déterminé une force maximale comprise entre 200 et 300N pour des faisceaux de fibres de verre de diamètre 15 ± 2 µm ce qui représente une contrainte maximale comprise entre 1100 et 1700 MPa. Les résultats expérimentaux obtenus sur le module et la contrainte maximale des fils de verre sont donc en bonne adéquation avec la littérature.

Les résultats du Tableau 3.8 indiquent un module d'Young des fils de chanvre supérieur à celui des fils de lin mais une contrainte maximale ainsi qu'une déformation à contrainte maximale inférieures pour les fils de chanvre. Les variations et les écarts constatés peuvent avoir de multiples causes, telles que par exemple la composition chimique, la cristallinité de la cellulose ou la distribution des longueurs des fibres au sein du fil [12]. De plus, les diamètres des fils testés ne sont pas exactement similaires d'une éprouvette à l'autre, la Figure 3.12 présente la dépendance au diamètre des caractéristiques mécaniques des fils de lin et de chanvre. Les résultats indiquent que plus les diamètres sont élevés, plus les modules d'Young ou les contraintes maximales atteintes sont faibles, ce qui pourrait peut être expliquer les différences constatées entre les fils de lin de type F3 qui présentent un diamètre de 360 ± 80 µm et les fils de chanvre de type F5 qui présentent un diamètre de 305 ± 60 µm. Dans le cas de la déformation à contrainte maximale (Figure 3.12c), il n'apparaît pas de dépendance au diamètre.

(a)



(b)



(c)

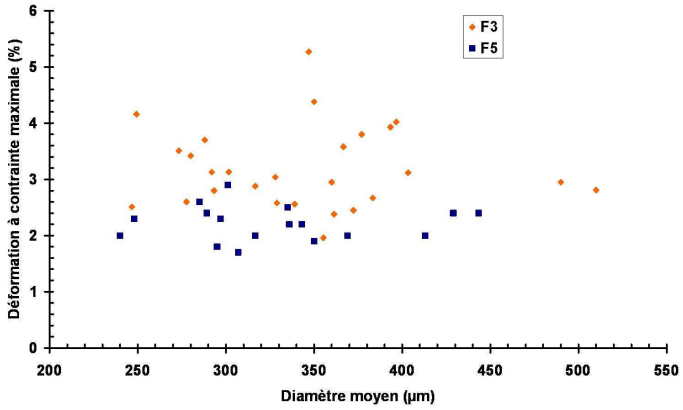


Figure 3.12: Répartition des modules d'Young (a) , de la contrainte maximale (b) et des déformations à contrainte maximale (c) en fonction du diamètre moyen de fils de lin F3 et de fils de chanvre F5

Le fil de chanvre étudié qui présente une densité linéique de 83 ± 1 tex pour un diamètre de 305 ± 60 µm possède un module d'Young de 10000 ± 2500 MPa et une contrainte maximale de 191± 38 MPa. Dans la littérature, le module d'Young des fils de chanvre est compris entre 9000 MPa et 13000 MPa et la contrainte à rupture est comprise entre 450 MPa et 650 MPa pour un fil de densité linéique 48 ± 2 tex et de diamètre 230 ± 5 µm [12]. Le fil de chanvre étudié présente une densité de 1,14 ; si l'on rapporte le module d'Young et la contrainte maximale à la densité, ce fil est caractérisé par un module

d'Young spécifique de 8780 MPa et une contrainte maximale spécifique de 170 MPa. La même opération pour le fil de chanvre de la littérature donne un module d'Young spécifique compris entre 7480 MPa et 10800 MPa et une contrainte maximale spécifique comprise entre 370 MPa et 540 MPa [12]. On constate que les valeurs de module d'Young spécifique déterminées pour les fils de chanvre sont en accord avec la littérature. En revanche, les valeurs de contrainte maximale spécifique, rapport de la contrainte calculée grâce à l'équation (10) sur la densité, sont très inférieures aux valeurs de la littérature.

La Figure 3.13 présente l'évolution du module spécifique des fibres de verre, des fils de lin et des fibres, faisceaux de fibres et fils de chanvre en fonction de leur diamètre respectif.

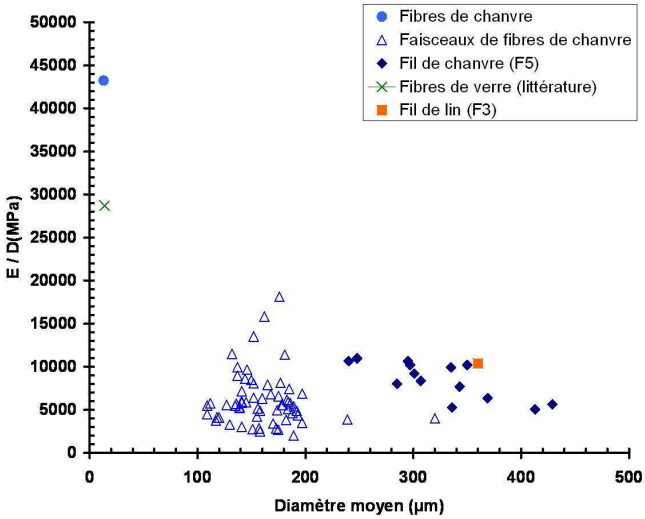


Figure 3.13: Evolution des modules spécifiques des fibres de verre, des fils de lin et des fibres, faisceaux de fibres et fils de chanvre en fonction de leur diamètre respectif.

La Figure 3.13 montre que le module d'Young spécifique évolue avec le diamètre moyen de l'échelle des fibres de chanvre à l'échelle des faisceaux ou des fils de chanvre. Cet effet d'échelle a été montré dans les travaux de Thygesen et al. [14] : une diminution du module d'Young lorsque l'on passe de la cellulose vers la fibre unique a été constatée. Ce même effet, visible lorsque l'on passe de la fibre unitaire au faisceau de fibres, mais de façon moins marquée est expliqué par Thygesen et al. par l'architecture en faisceau. Lors du passage à l'échelle suivante, nos résultats montrent des modules d'Young spécifiques des faisceaux et des fils de chanvre similaires, ce qui peut s'expliquer par l'architecture des faisceaux de fibres dans le fil.

I.1.3.2 Analyse des mécanismes de déformation et du processus de rupture

Afin de caractériser plus précisément la succession des phénomènes menant à la rupture des fils de chanvre, une instrumentation par émission acoustique a été mise en place durant les essais de traction. La Figure 3.14 présente la courbe contrainte-déformation d'un fil de chanvre (F5) et le nombre cumulé d'évènements acoustiques associés. Les résultats montrent qu'à la fin de l'essai, la

rigidité apparente du fil augmente. Dans le cas des fils de lin et de chanvre, la courbe contrainte-déformation est composée de deux parties, une première partie non linéaire, puis par une seconde partie linéaire (Figure 3.14). De la même façon que l'augmentation de rigidité au cours de la traction d'une fibre est due à la réorientation des microfibrilles de cellulose dans la direction de l'axe de la fibre [9], l'augmentation de rigidité constatée entre les phases 1 et 2 pour un fil est principalement due au réalignement des fibres au sein du fil. Or, lors de la seconde phase, une activité importante d'émission acoustique est détectée (Figure 3.14), il y a alors une compétition entre les deux types de phénomènes : l'endommagement du fil qui provoque une diminution de la rigidité et la réorientation des fibres au sein du fil qui entraîne une augmentation de la rigidité.

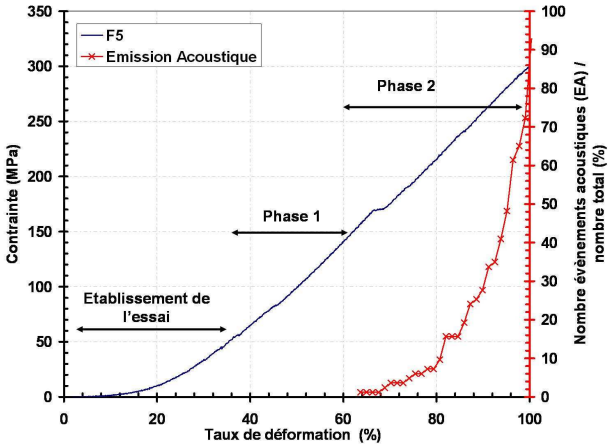


Figure 3.14: Courbe de traction contrainte σ_{xx}/ déformation ε_{xx} d'un fil de chanvre (F5) et nombre cumulé d'événements acoustiques associés.

Des observations « post mortem » des fils de verre et de chanvre ont permis de mettre en évidence les processus de rupture différents. Dans le cas des fils de verre, des ruptures individuelles de fibres sont observées alors que dans le cas des fils de chanvre, un détissage localisé a été constaté (Figure 3.15)

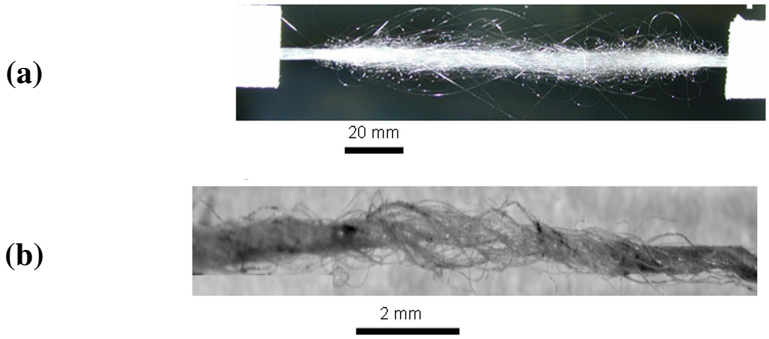
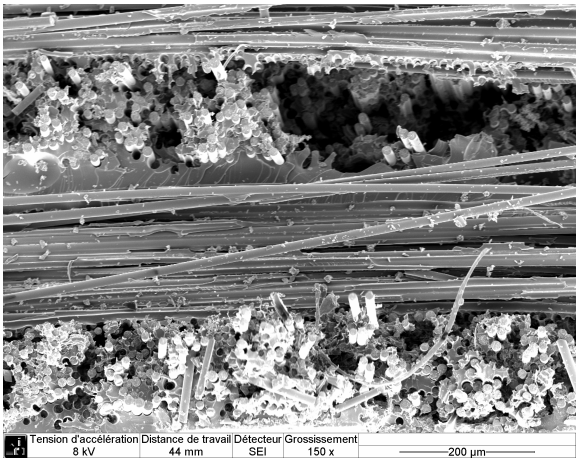


Figure 3.15: Processus de rupture des fils de verre (a) et de chanvre (b).

Les différences microstructurales entre les fils de verre d'origine synthétiques et les fils de lin ou de chanvre, d'origine végétale, peuvent expliquer les différents processus de rupture constatés sur ces deux types de matériaux. En effet, R'mili and al. [31] ont réalisé des essais sur des faisceaux de fibres

de verre-E et ont montré que les ruptures de fibres surviennent une par une et sont distribuées aléatoirement. Ces résultats montrent que le fil de verre peut être considéré comme un faisceau de plusieurs fibres disposées parallèlement les unes aux autres. L'endommagement du fil peut alors être associé aux ruptures de fibres individuelles. Cette conclusion est confirmée par nos observations d'un fil de verre « post mortem » (Figure 3.15a) ainsi que par l'analyse au microscope électronique à balayage des faciès de rupture des composites (Figure 3.16a). Dans le cas du fil de chanvre, le processus de rupture est différent : l'architecture du fil est assurée par un enroulement hélicoïdal de fibres de chanvre et chaque fibre est composée d'un ensemble de cellules collées ensemble par la pectine [6,34]. L'étude "post-mortem" d'un fil de chanvre montre que le processus de rupture est dû à un détissage localisé (Figure 3.15b) et est confirmé par les observations au microscope électronique à balayage effectuées sur des faciès de rupture de composites (Figure 3.16b). L'endommagement localisé suggère que lorsqu'une fibre est rompue, elle se désolidarise de la spirale hélicoïdale formée à l'intérieur du fil et les fibres situées à proximité sont alors les plus directement affectées. La rupture a tendance à se propager de proche en proche autour des premières fibres rompues.

(a) C2



(b) C10

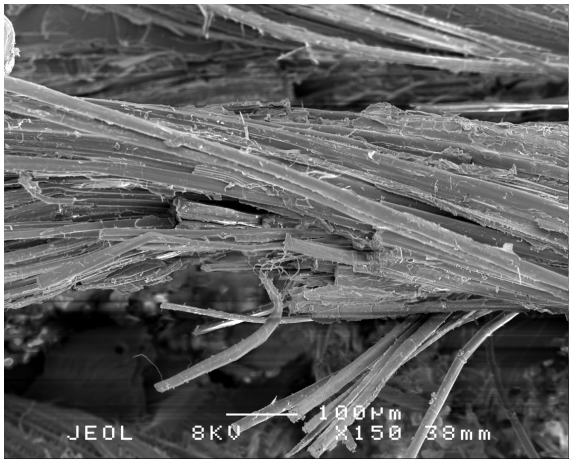


Figure 3.16: Faciès de rupture de composites observés au MEB : rupture de fils longitudinaux et transverses de (a) verre, (b) chanvre.

I.1.4 Tissus

Deux tissus de chanvre de type T5a et T5b présentant des grammages différents (Tableau 2.6) ont été testés (Figure 3.17 et Tableau 3.9).

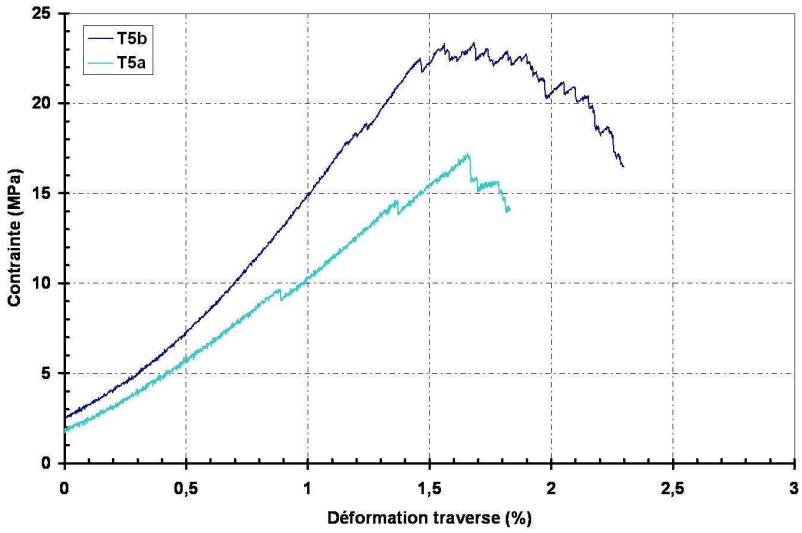


Figure 3.17: Courbes de traction contrainte σ_{xx}/ déformation ε_{xx} avec x axe de traction de deux tissus de chanvre de grammages différents : T5a 125g/m² et T5b 193 g/m².

Tissus	Grammage mesuré (g/m²)	E (MPa) *traverse*	σ_{max} (MPa)	ε_{trav} à σ_{max} (%)
T5a	125 ± 9	933 ± 300	17,2 ± 0,5	1,8 ± 0,1
T5b	193 ± 10	1229 ± 420	22,5 ± 0,5	1,98 ± 0,05

Tableau 3.9. Caractéristiques mécaniques des éprouvettes de tissus de chanvre T5a et T5b sollicitées en traction.

Les résultats montrent que le tissu T5b, plus dense, possède logiquement une rigidité plus élevée. Dans le tissu T5a moins dense, une désolidarisation beaucoup plus marquée des fibres les unes par rapport aux autres a été constatée lors des essais, ce qui a conduit à une contrainte maximale plus faible. Les déformations à rupture des deux tissus sont équivalentes ce qui s'explique par le fait que les tissus sont fabriqués avec le même fil de type F5. Le tissu le plus dense (T5b), présente de meilleures caractéristiques mécaniques, cependant il conviendra de vérifier si l'imprégnation de la matrice n'est pas rendue plus difficile par l'utilisation d'un tissu plus serré.

I.1.5 Composites

Le comportement mécanique de composites verre/époxy, lin/époxy et chanvre/époxy à même taux volumique ou à même taux massique de fibres a été étudié. Préalablement à cette analyse,

l'influence du grammage du tissu sur les caractéristiques mécaniques des composites à fibres naturelles a été étudiée.

I.1.5.1 Etude préalable sur l'influence du grammage

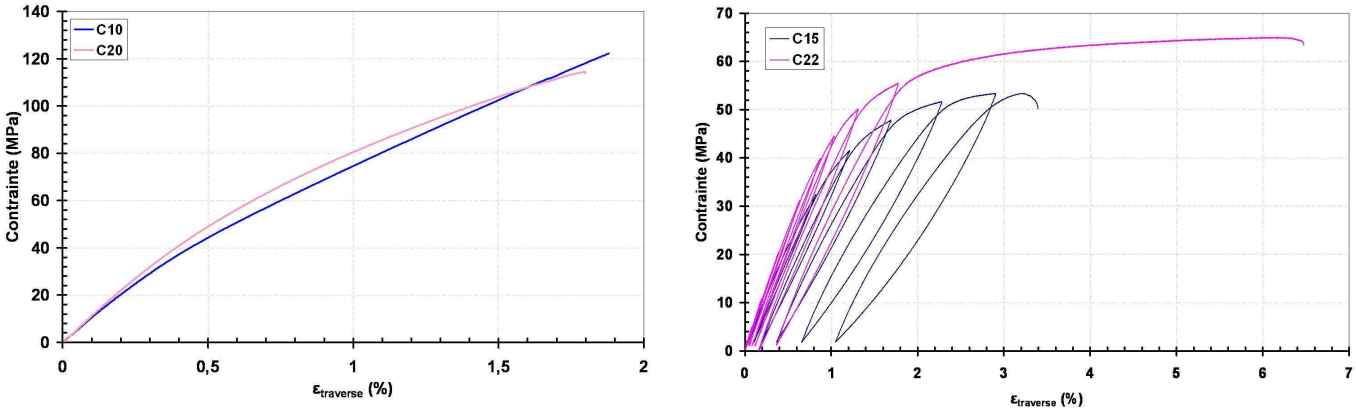
Les matériaux composites utilisés pour cette étude sont répertoriés dans le Tableau 3.10 . Le comportement des matériaux sera comparé à même taux volumique de fibres pour s'affranchir de son influence. Pour un grammage de tissu donné, le taux volumique de fibres dans le composite a donc été modifié en faisant varier l'épaisseur de la plaque fabriquée.

Désignation	Renfort	Grammage (g/m²)	Densité du composite D	v_f (%)	Séquence d'empilement
C10	T5-40	199	1,190 ± 0,010	38 ± 4	$[0/90]_7$
C20	T6	267	1,276 ± 0,005	42 ± 4	$[0/90]_7$
C15	T5-40	199	1,210 ± 0,020	37 ± 4	$[-45/+45]_7$
C22	T6	267	1,240 ± 0,010	43 ± 4	$[-45/+45]_7$

Tableau 3.10. Caractéristiques des composites chanvre /époxy étudiés.

I.1.5.1.1. Propriétés mécaniques des composites

Des essais de traction sur composites chanvre/époxy $[0/90]_7$ et $[+45/-45]_7$ ont été réalisés pour les deux types de grammage de tissus. (Figure 3.18).



(a) **(b)**

Figure 3.18: Courbes de traction contrainte σ_{xx}/ Déformation ε_{xx} de composites chanvre/ époxy (a) $[0/90]_7$ et (b) $[-45/+45]_7$.

Les résultats associés sont présentés dans le Tableau 3.11 et le Tableau 3.12.

Composites	Grammage (g/m²)	v_f (%)	E (MPa)	σ_{max} (MPa)	$\varepsilon_{trav}^{rupt}$ (%)	E/D (MPa)	σ_{max} /D (MPa)
C10	199	38 ± 4	12433 ± 839	113 ± 12	1,7 ± 0,3	10452 ± 705	96 ± 10
C20	267	42 ± 4	14646 ± 909	115 ± 17	2,0 ± 0,2	11476 ± 712	90 ± 13

Tableau 3.11. Caractéristiques mécaniques de composites chanvre/époxy $[0/90]_7$ pour deux grammages différents.

Pour un taux volumiques de fibres équivalents, la rigidité spécifique des composites renforcés par un tissu de grammage plus élevé est très légèrement supérieure. Les autres caractéristiques mécaniques sont similaires pour les deux types de composites.

Composites	Grammage (g/m²)	v_f (%)	E (MPa)	σ_{max} (MPa)	$\varepsilon_{trav}^{rupt}$ (%)	E/D (MPa)	σ_{max} /D (MPa)
C15	199	37 ± 4	5731 ± 469	59 ± 5	3,6 ± 0,5	4724 ± 302	49 ± 4
C22	267	43 ± 4	5978 ± 427	64 ± 2	7,2 ± 2,5	4803 ± 343	51± 2

Tableau 3.12. Caractéristiques mécaniques de composites chanvre/époxy $[+45/-45]_7$, pour deux grammages.

Compte tenu de la dispersion, les résultats montrent une rigidité et une contrainte maximale similaires pour les deux matériaux. Les déformations à contrainte maximale obtenues constituent la principale différence entre les composites C15 et C22, 3,6% ± 0,5% pour les composites de type C15 contre 7,2% ± 2,5% pour les composites de type C22. L'influence du grammage du tissu sur l'évolution de l'endommagement dans les composites chanvre/époxy a également été étudiée. La Figure 3.19 présente l'évolution du nombre cumulé d'évènements acoustiques enregistrés pour les composites chanvre/époxy $[0/90]_7$.

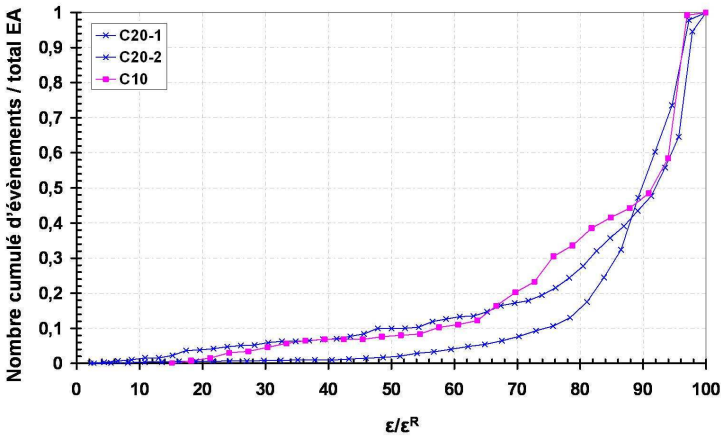


Figure 3.19: Courbes d'évolution du nombre cumulé d'évènements acoustiques de composites chanvre/ époxy $[0/90]_7$ pour deux grammages.

Pour les composites chanvre/époxy $[0/90]_7$, les résultats montrent qu'il n'existe pas de différence entre les courbes du nombre cumulé d'évènements acoustiques pour les deux grammages testés (Figure 3.19).

I.1.5.1.2. Etude de la réticulation de la résine

Des analyses calorimétriques ont été effectuées sur les différents composites chanvre/époxy pour déterminer la température de transition vitreuse de la matrice époxy, caractéristique de la réticulation de la résine dans le cas des composites chanvre/époxy (Tableau 3.13).

Matériaux	T_{g1}(°C)	T_{g2}(°C)
C10	82 ± 3	93 ± 3
C20	82 ± 3	95 ± 3
C15	84 ± 3	97± 3
C22	82 ± 3	95 ± 3

Tableau 3.13. Analyse calorimétrique de la résine époxy des composites chanvre/époxy $[0/90]_7$ et $[+45/45]_7$ de grammages différents.

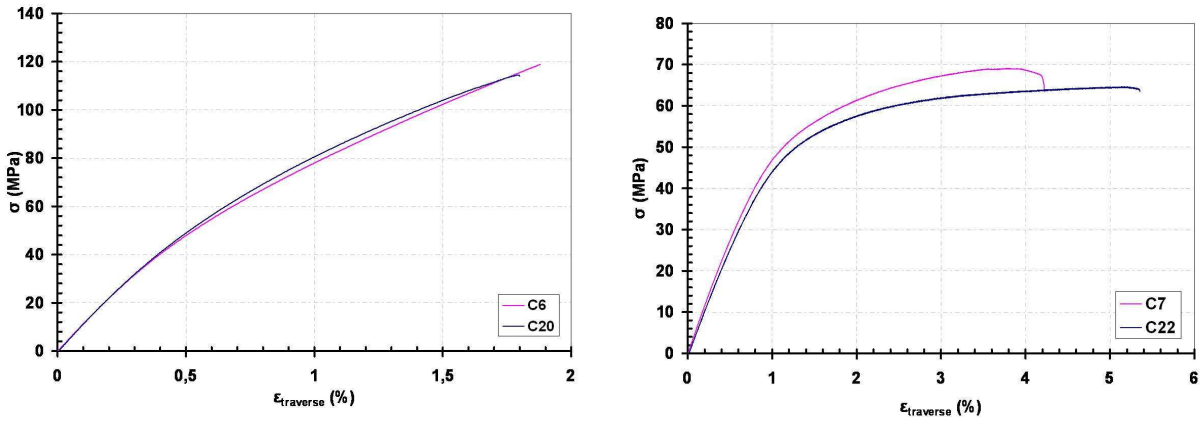
Compte tenu des dispersions, les résultats de l'analyse calorimétrique ne montrent pas de différence entre les températures de transition vitreuse des composites chanvre/époxy avec des tissus de différents grammages. Dans tous les cas, la température de transition vitreuse lors du second chauffage est supérieure, ce qui indique une réticulation incomplète.

I.1.5.1.3. Bilan sur l'influence du grammage des tissus

Des composites chanvre/époxy élaborés avec des tissus de grammages différents ont été testés en traction et par analyse calorimétrique. Pour les matériaux étudiés, les résultats montrent que le taux de réticulation de la résine dans le composite est indépendant de la proportion de renfort. De plus, les caractéristiques mécaniques spécifiques sont très peu dépendantes du grammage du tissu et le développement des endommagements est similaire dans les composites chanvre/époxy $[0/90]_7$ renforcés par des tissus à faibles ou fort grammage. Ces résultats ne montrent pas d'influence significative du grammage. A partir de ces données, l'imprégnation de la résine ne semble donc pas affectée par le grammage du tissu utilisé comme renfort.

I.1.5.2 Comparaison des composites lin-chanvre

Des essais de traction sur composites lin/époxy $[0/90]_7$ et $[+45/-45]_7$ ont été réalisés et comparés aux résultats obtenus sur les composites chanvre/époxy $[0/90]_7$ et $[+45/-45]_7$ présentant des taux volumiques de fibres voisins. La Figure 3.20 présente les courbes contrainte-déformation obtenues et les paramètres mécaniques associés sont présentés dans les Tableau 3.14 et Tableau 3.15.



(a) (b)

Figure 3.20: Courbes de traction contrainte σ_{xx}/ Déformation ε_{xx} de composites chanvre/ époxy et lin/époxy (a) $[0/90]_7$ et (b) $[-45/+45]_7$.

Composite	vf (%)	E (MPa)	σ_{max} (MPa)	$\varepsilon_{trav}^{rupt}$(%)	E/D (MPa)	σ_{max} /D (MPa)
C6 (lin)	43 ± 4	12545 ± 966	117 ± 10	1,8 ± 0,2	9993 ± 769	93 ± 8
C20 (chanvre)	42 ± 4	14646 ± 909	115 ± 17	2,0 ± 0,2	11476 ± 712	90 ± 13

Tableau 3.14. Caractéristiques mécaniques en traction de composites chanvre/époxy et lin/époxy $[0/90]_7$.

Composite	vf (%)	E_{45} (MPa)	σ_{max} (MPa)	$\varepsilon_{trav}^{rupt}$(%)	E_{45}/D (MPa)	σ_{max} /D (MPa)
C7 (lin)	47 ± 4	6112 ± 250	67 ± 2	4,1 ± 0,2	5071 ± 207	56 ± 2
C22 (chanvre)	43 ± 4	5978 ± 427	64 ± 2	7,2 ± 2,5	4803 ± 343	51± 2

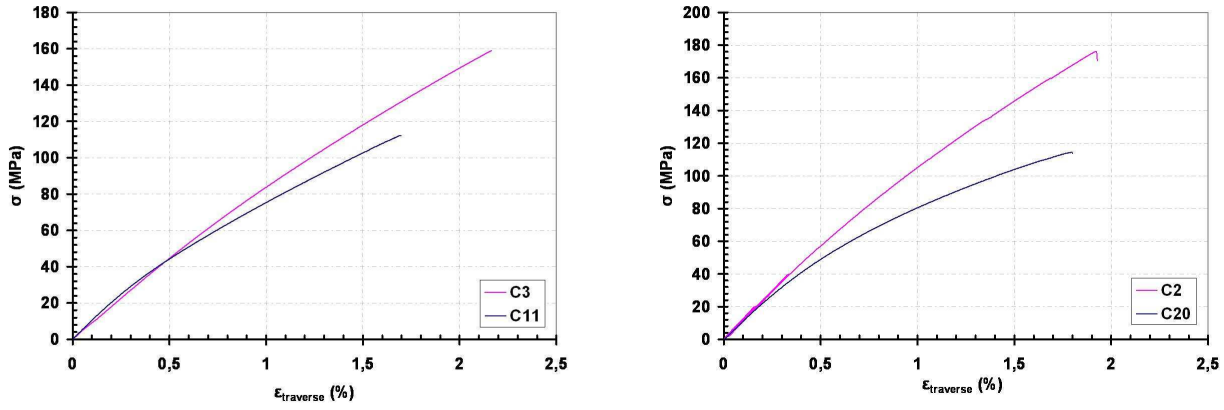
Tableau 3.15. Caractéristiques mécaniques en cisaillement de composites chanvre/époxy et lin/époxy $[-45/+45]_7$.

Les résultats montrent que les modules d'Young des composites chanvre/époxy $[0/90]_7$ sont légèrement plus élevés que ceux des composites lin/époxy $[0/90]_7$ pour un même taux volumique de fibres ; ce résultat est à mettre en relation avec le module d'Young plus élevé des fils de chanvre (F5) par rapport au fil de lin (F3) (Tableau 3.8). Les contraintes maximales atteintes ainsi que les déformations à rupture des composites sont similaires. Dans le cas des composites $[-45/+45]_7$, les modules d'Young et les contraintes maximales sont similaires pour les composites chanvre/époxy et lin/époxy.

I.1.5.3 Comparaison des composites verre –chanvre

La comparaison des caractéristiques mécaniques des composites chanvre/époxy et verre/époxy a été réalisée pour des matériaux présentant le même taux massique de fibres (Figure 3.21a et Tableau 3.16) ou le même taux volumique de fibres (Figure 3.21b et Tableau 3.17). Pour obtenir un même taux

massique de fibres, les composites chanvre/époxy de type C11 sont composés de sept plis de tissu de grammage 181 g/m² et les composites verre/époxy de type C3 sont constitués de cinq plis de tissu de grammage 313 g/m². Pour obtenir un même taux volumique de fibres, les composites chanvre /époxy C20 sont constitués de sept plis de tissu de grammage 267 g/m² et les composites verre/époxy C2 sont constitués de sept plis de tissus de grammage 313 g/m².



(a) (b)

Figure 3.21: Courbes de traction contrainte σ_{xx}/ Déformation ε_{xx} de composites chanvre/ époxy et verre/époxy $[0/90]_7$ pour un même (a) m_f (b) v_f.

Composites	v_f (%)	m_f (%)	Densité D	E (MPa)	σ_{max} (MPa)	$\varepsilon_{trav}^{rupt}$(%)	E/D (MPa)	σ_{max} /D (MPa)
C3 (verre)	26 ± 3	38,55 ± 0,05	1,38 ± 0,002	11447 ± 314	152 ± 7	2,1 ± 0,1	8319 ± 228	110 ± 5
C11 (chanvre)	33 ± 4	37,2 ± 0,1	1,21 ± 0,01	13332 ± 1	111,8 ± 0,5	1,65 ± 0,05	10970 ± 1	92,0 ± 0,4

Tableau 3.16. Caractéristiques mécaniques de composites $[0/90]_7$ chanvre/époxy et verre/époxy à même m_f.

Composites	v_f (%)	m_f (%)	Densité D	E (MPa)	σ_{max} (MPa)	$\varepsilon_{trav}^{rupt}$(%)	E/D (MPa)	σ_{max} /D (MPa)
C2 (verre)	41 ± 4	54,5 ± 0,1	1,48 ± 0,09	26973 ± 613	196 ± 20	2,1 ± 0,2	18207 ± 413	132 ± 13
C20 (chanvre)	42 ± 4	48,12 ± 0,08	1,276 ± 0,005	14646 ± 909	115 ± 17	2,0 ± 0,2	11476 ± 712	90 ± 13

Tableau 3.17. Caractéristiques mécaniques de composites $[0/90]_7$ chanvre/époxy et verre/époxy à même v_f.

Les résultats montrent que pour un même taux volumique de fibres de 41 ± 4%, les composites chanvre/époxy ne parviennent pas à entrer en concurrence avec les composites verre/époxy et restent dans des gammes de modules d'Young et de contraintes maximales plus faibles. Mais pour un même taux massique de fibres de 38%, le module d'Young des composites chanvre/époxy est même légèrement supérieur à celui des composites verre/époxy. Toutefois, la contrainte maximale atteinte reste inférieure pour les composites chanvre/époxy (112 MPa contre 152 MPa pour le verre/époxy).

I.1.5.4 Bilan sur la comparaison des propriétés mécaniques des composites verre/époxy, lin/époxy et chanvre/époxy.

Les Figure 3.22 et Figure 3.23 présentent les modules spécifiques et les contraintes maximales spécifiques de composites verre/époxy, lin/époxy et chanvre/époxy pour différents taux massiques de fibres.

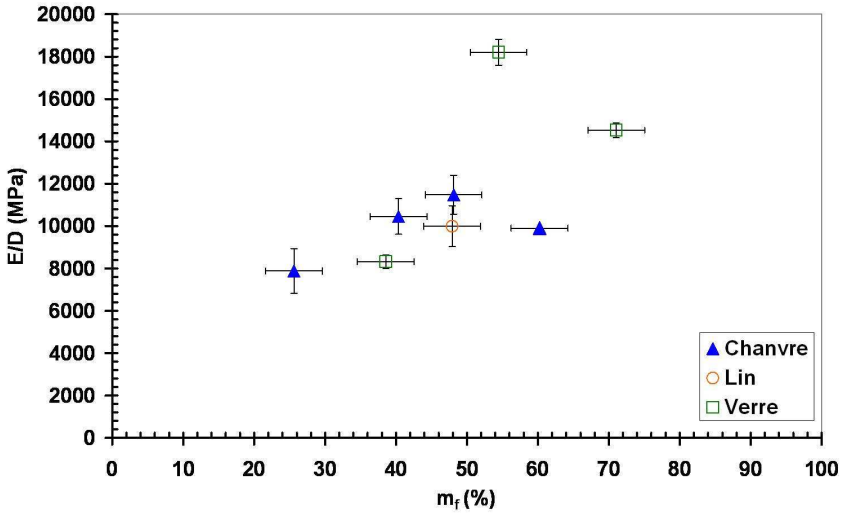


Figure 3.22: Modules d'Young spécifiques de composites verre/époxy, lin/époxy et chanvre/époxy $[0/90]_n$ pour différents taux massiques de fibres.

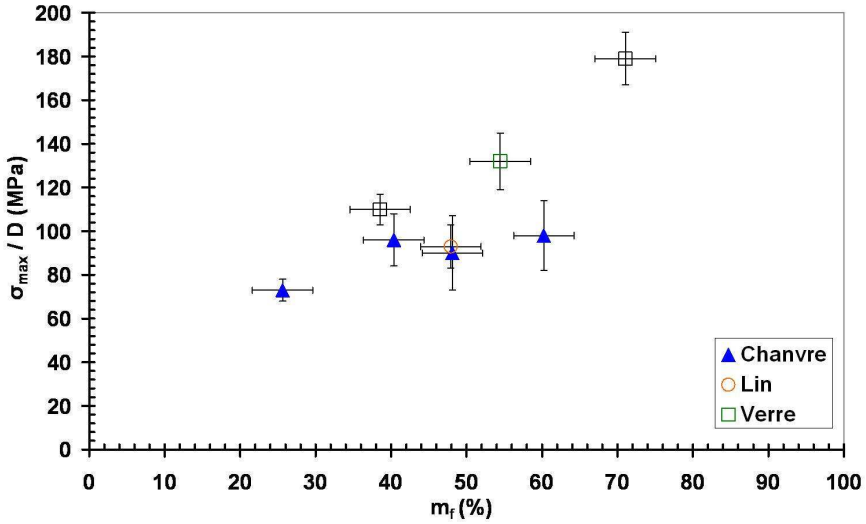


Figure 3.23: Contraintes maximales spécifiques de composites verre/époxy, lin/époxy et chanvre/époxy $[0/90]_n$ pour différents taux massiques de fibres.

L'ensemble des résultats obtenus sur les composites montre que les renforts lin ou chanvre donnent sensiblement le même comportement mécanique à même taux massique de fibres. Ces résultats mettent également en évidence que, pour un même taux massique de fibres, inférieur à 40%, les modules d'Young spécifiques des composites lin/époxy et chanvre/époxy sont quasiment équivalents à ceux des composites verre/époxy. Le domaine de compétition des propriétés mécaniques de ces matériaux se situent donc à même taux massique de fibres, inférieur à 40%. Au-delà, les composites à fibres de verre présentent des caractéristiques mécaniques nettement supérieures aux composites à fibres naturelles. Pour une utilisation industrielle de ce matériau, il sera donc nécessaire de tenir compte de ce seuil.

I.2. Rôle des constituants élémentaires dans le comportement macroscopique des composites

Les composites chanvre/époxy à fibres naturelles présentent une microstructure complexe. Les analyses précédentes ont permis d'étudier le comportement mécanique de chaque échelle. Afin de comprendre la contribution de chaque échelle au comportement global du composite, une succession de modèles analytiques permettant d'estimer les propriétés mécaniques de ces matériaux a été mise en place.

I.2.1 Modèles analytiques de comportement : des constituants élémentaires aux composites

Une modélisation analytique des propriétés de la fibre, du fil et du composite tissé à fibres naturelles est proposée en utilisant comme paramètres d'entrée les propriétés des constituants élémentaires de la fibre.

A l'échelle de la fibre, cette modélisation s'appuie sur les travaux de Bergander et al. [20] qui ont montré qu'une fibre naturelle (en l'occurrence de bois) pouvait être considérée comme un matériau composite, ainsi que sur les travaux de Baley [9] qui a déterminé le module d'Young d'une fibre de lin en la considérant comme un matériau composite.

Dans ce travail, une approche similaire a été développée pour le fil. En effet, chacun de ces matériaux, la fibre, le fil et le composite peut être considéré comme un matériau composite.

La fibre est un matériau composite constitué :

- d'une matrice : hémicellulose et lignine
- d'un renfort : les fibrilles de cellulose

Le fil est un matériau composite constitué :

- d'une matrice : hémicellulose et lignine
- d'un renfort : la fibre de lin ou de chanvre

Les composites étudiés sont constitués :

- d'une matrice : résine époxy
- d'un renfort fil de verre, de lin ou de chanvre.

Cette modélisation comporte donc trois étapes : celle modélisant la fibre, celle modélisant le fil et enfin celle modélisant le composite. Chaque étape utilise les résultats de l'étape précédente. Les propriétés mécaniques du composite seront donc obtenues à partir des caractéristiques de l'hémicellulose, de la lignine et de la cellulose contenues dans la fibre.

L'estimation des caractéristiques mécaniques élastiques de la fibre et du fil est effectuée à l'aide d'un modèle «Renforts courts». Les caractéristiques mécaniques élastiques du composite sont estimées avec un modèle «Renforts longs». Les différentes étapes de cette modélisation sont schématisées dans la Figure 3.24.

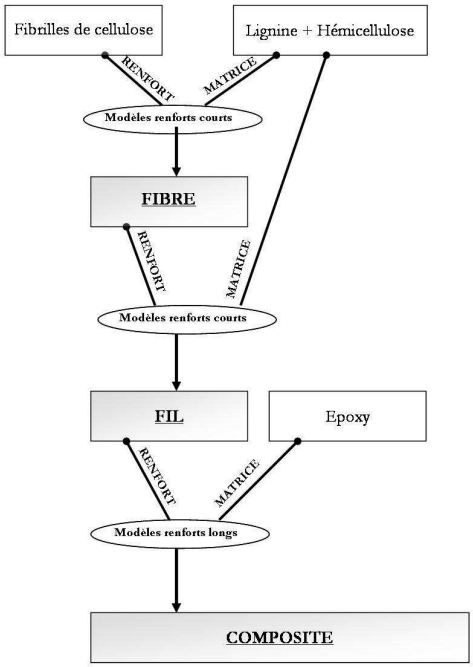


Figure 3.24: Schématisation du modèle analytique de calcul des propriétés mécaniques des composites à partir des propriétés mécaniques des constituants élémentaires de la fibre.

Le stratifié est associé à un repère orthonormé de référence noté R(O,x,y,z) de sorte que le vecteur x indique la direction parallèle à l'axe longitudinal du stratifié ainsi que par un repère local orthonormé R(L,T) lié à l'orientation des renforts du composite, formant un angle θ avec l'axe x. La matrice sera caractérisée par son module d'Young E_m, son coefficient de cisaillement G_m et son coefficient de Poisson υ_{mat}. Le renfort sera caractérisé par son module d'Young longitudinal E_{fl} et transverse E_{ft}, son module de cisaillement G_{flt} et son coefficient de Poisson υ_{flt}. De plus, nous noterons le taux volumique

de fibres v_f et le taux volumique de matrice v_m, les taux de porosité seront notés v_o. Chaque pli est caractérisé par ses modules E_L, E_T, G_{LT} et υ_{LT} dans ses axes d'orthotropie.

I.2.1.1 Modèle "Renforts courts"

Il existe de nombreux modèles «renforts courts» permettant de calculer le module d'Young des composites à fibres courtes. Dans leurs travaux, Facca et al. [142] ont décrit et comparé différents modèles pour déterminer le module de composites à matrice thermoplastique et à renforts fibres naturelles : loi des mélanges, modèles d'Halpin-Tsai, de Nairn et de Mendels. Les résultats du calcul d'erreur sur ces méthodes ont montré que les équations semi-empiriques d'Halpin-Tsai conduisaient à la plus faible erreur globale. Par ailleurs, dans les travaux de Bergander et al. [20] et de Baley [9], l'estimation des propriétés se fait à l'aide d'un modèle construit à partir des expressions micromécaniques proposées par Halpin-Tsai. La généralisation des formulations de la théorie de l'élasticité proposée par Halpin-Tsai [21] a donc été appliquée dans cette étude pour déterminer les propriétés mécaniques élastiques de la fibre et du fil. Dans ce modèle, les différents paramètres mécaniques sont déterminés par les équations suivantes :

$$\frac{E_L}{E_m} = \frac{1+\frac{2l}{\phi}\eta_L v_f}{1-\eta_L v_f} ; \frac{E_T}{E_m} = \frac{1+2\eta_T v_f}{1-\eta_T v_f} ; \frac{G_{LT}}{G_m} = \frac{1+\eta v_f}{1-\eta v_f}$$

$$Avec\, \eta_L = \frac{\left(E_{fl}/E_m\right)-1}{\left(E_{fl}/E_m\right)+2\left(l/\phi\right)} ; \eta = \frac{\left(G_{flt}/G_m\right)-1}{\left(G_{flt}/G_m\right)+1} \; et \; \eta_T = \frac{\left(E_{ft}/E_m\right)-1}{\left(E_{ft}/E_m\right)+2} \tag{33}$$

$$\sigma^{rupt} = \sigma_m^{rupt}\left(\frac{1+\frac{2l}{\phi}\eta_\sigma v_f}{1-\eta_\sigma v_f}\right) avec\; \eta_\sigma = \frac{\left(\sigma_f^{rupt}/\sigma_m^{rupt}\right)-1}{\left(\sigma_f^{rupt}/\sigma_m^{rupt}\right)+2\left(l/\phi\right)} \tag{34}$$

Avec σ^{rupt} la contrainte à rupture du composite
σ_f^{rupt} la contrainte à rupture des renforts
σ_m^{rupt} la contrainte à rupture de la résine
Et l la longueur des renforts
ϕ le diamètre des renforts

Pour le coefficient de Poisson, la loi des mélanges a été utilisée (35) :

$$\nu_{LT} = \nu_{flt}(1-v_m) + \nu_{mat} v_m \tag{35}$$

I.2.1.2 Modèle « Renforts longs »

Les équations de la micromécanique appliquées au composite à renforts tissus ont été utilisées [42]. Dans cette modélisation, deux couches unidirectionnelles représentatives de la couche tissu sont définies: une couche chaîne et une couche trame, et sont supposées indépendantes l'une de l'autre. La courbure des fils ainsi que le désalignement éventuel des fils n'a pas été pris en compte. L'interface fibre/matrice a été considérée parfaite. Le repère local est un repère orthonormé R(L,T) lié à chacun des plis du composite caractérisé par la direction L qui correspond à la direction chaîne de la couche tissu et par la direction T qui correspond à la direction trame de la couche tissu. Le comportement de chaque couche est caractérisé par quatre constantes élastiques : le module d'Young dans le sens longitudinal $E_{l\ chaîne}$, le module d'Young dans le sens transverse au sens chaîne $E_{t\ chaîne}$, le coefficient de Poisson $v_{lt\ chaîne}$ et le module de cisaillement $G_{lt\ chaîne}$ pour la direction chaîne et $E_{l\ trame}$, $E_{t\ trame}$, $v_{lt\ trame}$, $G_{lt\ trame}$ pour la direction trame.

Le module longitudinal d'un stratifié comprenant une couche chaîne et une couche trame est calculé par les équations suivantes :

$$E_L = (1-\alpha)[k\alpha_{chaîne}E_{l\,chaîne} + (1-k)\alpha_{trame}E_{t\,trame}]$$

Avec

$$\alpha_{chaîne} = \frac{1}{1-\frac{E_{t\,chaîne}}{E_{l\,chaîne}}v^2{}_{lt\,chaîne}}\,;\alpha_{trame} = \frac{1}{1-\frac{E_{t\,trame}}{E_{l\,trame}}v^2{}_{lt\,trame}}\,;k = \frac{n_{chaîne}}{n_{chaîne}+n_{trame}} \tag{36}$$

où n est le nombre de fils dans les directions de chaîne et de trame,

$$Et\ \alpha = \frac{[k\alpha_{chaîne}v_{lt\,chaîne}E_{t\,chaîne} + (1-k)\alpha_{trame}v_{lt\,trame}E_{t\,trame}]^2}{[k\alpha_{chaîne}E_{l\,chaîne} + (1-k)\alpha_{trame}E_{t\,trame}][k\alpha_{chaîne}E_{t\,chaîne} + (1-k)\alpha_{trame}E_{l\,trame}]}$$

Ces couches sont modélisées par une couche unidirectionnelle caractérisée par les axes locaux (Lu,Tu) et qui présente un taux volumique équivalent au taux volumique de la couche à renfort tissu. Lorsque les fils de chaîne et de trame sont identiques, les relations (37) permettent de simplifier l'expression du module longitudinal du composite sous la forme (38).

$$\begin{aligned} &E_{l\,chaine} = E_{t\,trame} = E_{Lu}\ ;E_{t\,chaine} = E_{l\,trame} = E_{Tu}\ ; \\ &G_{lt\,chaine} = G_{lt\,trame} = G_{LTu}\ ;v_{lt\,chaine} = v_{lt\,trame} = v_{LTu} \end{aligned} \tag{37}$$

$$E_L = (1-\alpha)\alpha_u[kE_{Lu} + (1-k)E_{Tu}]$$

$$Où\ \alpha_u = \frac{1}{1-\frac{E_t}{E_l}v^2{}_{lt}}\,;\alpha = \frac{v^2{}_{lt}}{[k\frac{E_l}{E_t}+1-k][k+(1-k)\frac{E_l}{E_t}]}\,;\ k = \frac{n_{chaîne}}{n_{chaîne}+n_{trame}} \tag{38}$$

Or, $0{,}5 < \frac{E_t}{E_l} < 0{,}9$ et $0 < \nu_{lt} < 0{,}3$; $0 < \frac{E_t}{E_l} < 0{,}09$ négligeable face à 1, on peut donc faire l'approximation : $\alpha_u \approx 1$.

De plus, $1{,}2 < \frac{E_l}{E_t < 2}$ et $0 < \nu_{lt} < 0{,}3$, $0 < \frac{\nu_{lt}^2}{\left[\frac{1}{2}\left(\frac{E_l}{E_t}+1\right)^2\right]} < 0{,}07$ négligeable face à 1, on peut donc faire l'approximation : $(1-\alpha) \approx 1$.

Donc finalement, l'équation (38) se transforme en l'équation (39) :

$$E_L = [kE_l + (1-k)E_t]$$

$$Avec\ k = \begin{cases} 1/2 & pour\ les\ tissus\ équilibrés \\ n_{chaîne} / (n_{chaîne} + n_{trame}) & pour\ les\ tissus\ non\ équilibrés \end{cases} \quad (39)$$

Le module d'Young des composites $[0/90]_7$ dans le sens longitudinal peut donc s'exprimer en utilisant les lois des mélanges, de la manière suivante :

$$E_L = \left[k\left(E_m \mathrm{v_m} + E_f \mathrm{v_f}\right) + (1-k)\left(\frac{\mathrm{E_m} E_f}{E_m \mathrm{vf} + \mathrm{E_f v_m}}\right)\right] \quad (40)$$

De la même façon, la contrainte à rupture des composites $[0/90]_7$ est obtenue grâce à la relation (41) :

$$\sigma^{rupt} = \left[k\left(\sigma_f^{rupt}\left(\mathrm{v_f} + (1-\mathrm{v_f})\frac{E_m}{E_f}\right)\right) + (1-k)\left(\frac{\sigma_f^{rupt}\sigma_m^{rupt}}{\mathrm{v_f}\sigma_m^{rupt} + (1-\mathrm{v_f})\sigma_f^{rupt}}\right)\right] \quad (41)$$

Avec σ_f^{rupt} la contrainte à rupture des renforts,

et σ_m^{rupt} la contrainte à rupture de la résine.

I.2.1.3 Prise en compte de l'orientation des renforts

A partir des coefficients déterminés dans le repère local R(L,T), les équations (42) à (45) permettront de connaître les coefficients élastiques dans le repère de référence R(x,y), où θ est l'angle entre ces deux repères [143].

$$E_x(\theta) = \frac{1}{\frac{c^4}{E_L} + \frac{s^4}{E_T} + c^2 s^2 \left(\frac{1}{G_{LT}} - 2\frac{\nu_{TL}}{E_T} \right)} \tag{42}$$

Avec c= cosθ et s= sinθ

$$E_y(\theta) = \frac{1}{\frac{s^4}{E_L} + \frac{c^4}{E_T} + c^2 s^2 \left(\frac{1}{G_{LT}} - 2\frac{\nu_{TL}}{E_T} \right)} \tag{43}$$

$$G_{xy}(\theta) = \frac{1}{4c^2 s^2 \left(\frac{1}{E_L} + \frac{1}{E_T} + 2\frac{\nu_{TL}}{E_T} \right) + \frac{\left(c^2 - s^2\right)^2}{G_{LT}}} \tag{44}$$

$$\nu_{xy}(\theta) = E_y \left(\frac{\nu_{TL}}{E_T} \left(c^4 + s^4\right) - c^2 s^2 \left(\frac{1}{E_L} + \frac{1}{E_T} - \frac{1}{G_{LT}} \right) \right) \tag{45}$$

I.2.1.4 Prise en compte de la porosité des matériaux naturels

Le taux de porosité des matériaux, fibre, fil et composite sera pris en compte en minorant les propriétés de la matrice grâce aux expressions :

$$E_m' = \frac{E_m \mathrm{v_m}}{\mathrm{v_m} + \mathrm{v_0}} ; \nu_{mat}' = \frac{\nu_{mat} \mathrm{v_m}}{\mathrm{v_m} + \mathrm{v_0}} \tag{46}$$

Avec $v'_m = v_m + v_0$ le taux volumique apparent de la matrice

I.2.1.5 Prise en compte de la nature de la matrice naturelle

Dans le cas de la modélisation de la fibre et du fil, l'utilisation d'une matrice composée de lignine et d'hémicellulose est nécessaire. Dans la littérature, la composition chimique des fibres de lin ou de chanvre présente des pourcentages très différents de lignine et d'hémicellulose (Tableau 1.1), constituants qui possèdent des caractéristiques mécaniques très différentes (Tableau 1.2). Bergander et al. [20] ont montré, dans leurs travaux, que dans le cas du module transverse, l'utilisation de constantes orthotropes pour la lignine et l'hémicellulose donnait une meilleure approche des résultats expérimentaux. En conséquence, dans notre étude, la proportion de lignine et d'hémicellulose dans la composition chimique de la fibre de lin ou de chanvre a été utilisée pour déterminer les propriétés d'une matrice «lignine + hémicellulose» grâce à une loi des mélanges entre ces deux constituants.

De plus, l'équation (33) du modèle «renforts courts» a été modifiée pour tenir compte de l'orthotropie de la matrice «lignine + hémicellulose» :

$$\frac{E_L}{E_{ml}} = \frac{1+\frac{2l}{\phi}\eta_L \mathrm{v_f}}{1-\eta_L \mathrm{v_f}} ; \frac{E_T}{E_{mt}} = \frac{1+2\eta_T \mathrm{v_f}}{1-\eta_T \mathrm{v_f}} ; \frac{G_{LT}}{G_m} = \frac{1+\eta \mathrm{v_f}}{1-\eta \mathrm{v_f}}$$

Avec

$$\eta_L = \frac{\left(E_{fl}/E_{ml}\right)-1}{\left(E_{fl}/E_{ml}\right)+2\left(\frac{l}{\phi}\right)} ; \eta = \frac{(G_{flt}/G_m)-1}{(G_{flt}/G_m)+1} \text{ et } \eta_T = \frac{\left(E_{ft}/E_{mt}\right)-1}{\left(E_{ft}/E_{mt}\right)+2} \quad (47)$$

I.2.2 Applications aux composites verre/époxy, lin/époxy et chanvre/époxy

I.2.2.1 **Données du modèle**

Pour appliquer ces modèles, une connaissance précise des caractéristiques mécaniques des constituants élémentaires des fibres naturelles ainsi que de la géométrie des fils et des composites est nécessaire.

I.2.2.1.1. Modèle de la fibre.

Pour créer le modèle analytique de la fibre de chanvre ou de lin, la fibre est assimilée à un composite constitué d'un ensemble de fibrilles de cellulose orientées avec un angle θ correspondant à l'angle microfibrillaire du lin ou du chanvre et dispersées dans une matrice constituée de lignine et d'hémicellulose.

La composition chimique de la matrice, le rapport l/ϕ (rapport de la longueur sur le diamètre des fibrilles) et l'angle microfibrillaire sont des données issues de la littérature. Les différentes valeurs trouvées dans la littérature ont été moyennées pour définir les données d'entrées du modèle analytique. De plus, conformément aux travaux de Batra cités par Baley [9], un taux de porosité de 15% des fibres de lin et de chanvre a été inséré dans le modèle.

Par ailleurs, dans leurs travaux, Thygesen et al. [14] ont reporté la valeur de la contrainte à rupture de la cellulose pure déterminée par Klinke et al. à 600 MPa. Cependant, aucune valeur de contrainte à rupture de l'hémicellulose ou de la lignine n'a été trouvée dans la littérature. Une identification inverse a donc été effectuée pour déterminer la contrainte à rupture de la matrice « lignine + hémicellulose » en se basant sur les données moyennées de la littérature pour la contrainte à rupture d'une fibre de

chanvre. Cette identification inverse a permis de déterminer une contrainte à rupture de 550 MPa pour la matrice « lignine + hémicellulose ». Cette valeur a par la suite été entrée dans le modèle des fils de lin et de chanvre pour déterminer leur contrainte à rupture respective. Les données d'entrée du modèle «renforts courts» appliquées pour déterminer les propriétés élastiques de la fibre sont présentées dans le Tableau 3.18. Les annotations «l» pour les données issues de la littérature et «exp» pour les données provenant de nos résultats expérimentaux sont utilisées.

Modèle "Renforts courts"		Fibre de lin	Fibre de chanvre
Taux de porosité	v_o (%)	15[l]	15[l]
Renfort : Fibrilles de cellulose	v_f (%)	65[l]	66[l]
	E_{fl} (MPa)	136000[l]	136000[l]
	E_{ft} (MPa)	27200[l]	27200[l]
	G_{flt} (MPa)	4400[l]	4400[l]
	ν_{lt}	0,1[l]	0,1[l]
	σ_f^{rupt} (MPa)	600[l]	600[l]
	θ(degré)	10[l]	6,2[l]
	$\xi = 2l/\phi$	100000[l]	100000[l]
Matrice : Hémicellulose + Lignine	v_m(%)	20	19
	E_m sens longitudinal (MPa)	4696[l]	4337[l]
	E_m sens transverse (MPa)	2461[l]	2177[l]
	G_m (MPa)	1525[l]	1445[l]
	ν_{mat}	0,217[l]	0,237[l]

Tableau 3.18. Données d'entrée du modèle analytique de la fibre de lin et de chanvre

I.2.2.1.2. Modèle du fil.

Le modèle « renforts courts » a également été utilisé pour les fils de lin et de chanvre. Le fil est considéré comme un ensemble de fibres courtes dans une matrice similaire à celle contenue dans les fibres : lignine et hémicellulose. Le taux volumique de matrice des fils de lin et de chanvre est le même que celui des fibres. Le taux de porosité des fils a été déterminé expérimentalement par traitement d'images (Figure 2.32). L'angle microfibrillaire des fils de lin et de chanvre a été mesuré en périphérie du fil sous microscope électronique à balayage. L'ensemble des données d'entrées du modèle est présenté dans le Tableau 3.19 composé de données issues du modèle de la fibre, de données expérimentales et de données issues de la littérature.

Modèle "Renforts courts"		Fil de lin	Fil de chanvre
Taux de porosité	v_o (%)	50^{exp}	50^{exp}
Renfort : Fibre de lin ou de chanvre	v_f (%)	30	31
	E_{fl} (MPa)	Issu du modèle fibre	
	E_{ft} (MPa)		
	G_{flt} (MPa)		
	ν_{lt}		
	σ_f^{rupt} (MPa)		
	θ(degré)	11^{exp}	11^{exp}
	$\xi = 2l/\phi$	3300^{l}	1098^{l}
Matrice : Hémicellulose + Lignine	v_m(%)	20	19
	E_m sens l (MPa)	4696^{l}	4337^{l}
	E_m sens t (MPa)	2461^{l}	2177^{l}
	G_m (MPa)	1525^{l}	1445^{l}
	ν_{mat}	$0{,}217^{l}$	$0{,}237^{l}$
	σ_m^{rupt} (MPa)	550	550

Tableau 3.19. Données d'entrée du modèle analytique du fil de lin et de chanvre.

I.2.2.1.3. Le composite

Les composites verre/époxy, lin/époxy et chanvre/époxy sont constitués par un empilement de plis de tissus imprégnés par la matrice époxy. Un modèle analytique de type « renforts longs », où les renforts sont les fils qui forment le tissu et sont orientés à 0° et à 90° pour respecter la séquence d'empilement $[0/90]_7$ des composites étudiés, a été appliqué. Dans ce modèle, la matrice considérée est la résine époxy.

Dans le modèle précédent concernant le fil, le taux de porosité à l'intérieur du fil avait été pris en compte par une diminution des propriétés de la matrice. Mais les observations microscopiques réalisées sur les composites ont montré que la résine époxy s'insère dans toutes les porosités initialement présentes dans les fils. Pour le modèle du composite, seules les propriétés du fil « sans porosité » ont été prises en compte en utilisant les équations (48).

$$E'' = \frac{E(v_f + v_0)}{v_f}; \ \sigma''_{rupt} = \frac{\sigma_{rupt}(v_f + v_0)}{v_f} \qquad (48)$$

Avec E'' les modules longitudinal, transverse ou de cisaillement du renfort sans cavités ;
et E les modules longitudinal, transverse ou de cisaillement prenant en compte la porosité du renfort ;
σ''_{rupt}, la contrainte à rupture du renfort sans cavité ;
et σ_{rupt} la contrainte à rupture du renfort avec porosité.

Modèle "Renforts longs"		Verre/époxy	Lin/époxy	Chanvre/époxy
Renfort : Fil	E_{fl} (MPa)	77050^{exp}	issu des modèles du fil adapté "matériau sans porosité"	
	E_{ft} (MPa)	non renseigné		
	G_{flt} (MPa)	non renseigné		
	σ_f^{rupt} (MPa)	1210^{exp}		
Tissu	k	0,44	0,5	0,5
Matrice : Epoxy	E_m (MPa)	3322^{exp}		
	G_m (MPa)	1350^{exp}		
	ν_{mat}	$0,34^{1}$ [144]		
	σ_{mr}^{upt} (MPa)	69^{exp}		

Tableau 3.20. Données d'entrée du modèle analytique des composites verre/époxy, lin/époxy et chanvre/époxy.

1.2.2.2 Etude de sensibilité des paramètres

Les valeurs analytiques du module d'Young des composites étant calculées à partir de la succession de deux autres modèles analytiques (pour la fibre et le fil), elles dépendent de nombreux paramètres, en particulier ceux liés aux constituants botaniques de la fibre, ainsi qu'aux taux de porosité. Nous avons donc tout d'abord réalisé une étude de sensibilité du module d'Young calculé du composite en fonction de certains paramètres d'entrées. La Figure 3.25 présente la variation du module d'Young du composite en fonction de la variation de certaines données d'entrée.

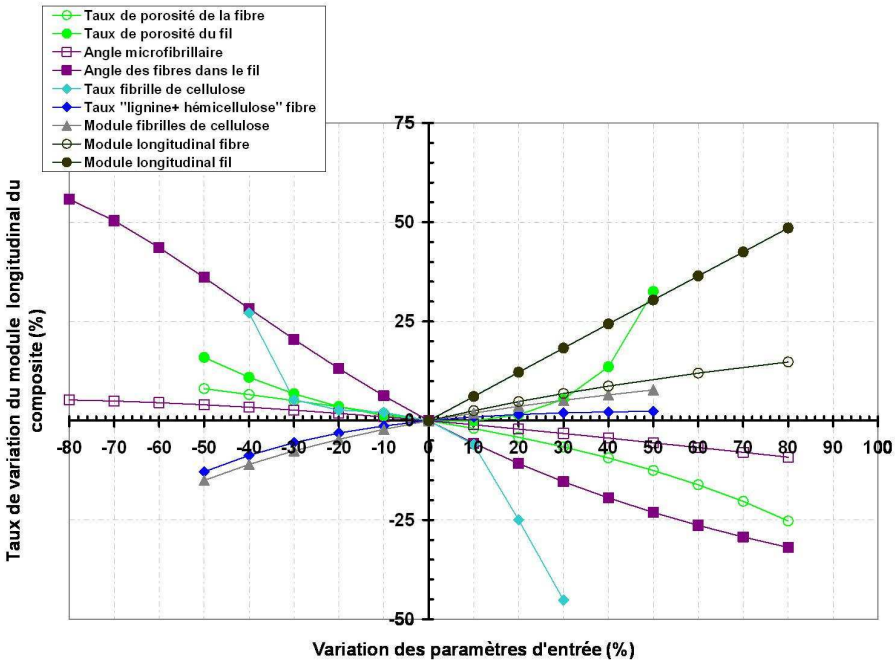


Figure 3.25: Taux de variation du module longitudinal du composite chanvre/époxy en fonction des variations des paramètres d'entrée du modèle analytique.

On peut voir sur la Figure 3.25 que, par exemple, une augmentation du module longitudinal des fibrilles de cellulose de 60% entraîne une augmentation du module d'Young longitudinal du composite chanvre/époxy de 9%. La même augmentation de 60% du module longitudinal de la fibre de chanvre entraîne une augmentation du module d'Young longitudinal du composite chanvre/époxy de 12%. Enfin, une augmentation de 60% du module longitudinal du fil de chanvre entraîne une augmentation du module d'Young longitudinal du composite chanvre/époxy de 36%. Ces résultats montrent que plus on fait varier des grandeurs qui se rapportent à une échelle proche de l'échelle du composite, plus on modifie l'échelle du composite. Certaines grandeurs n'ont pas pu être évaluées dans ce travail, les données issues de la littérature ont donc été utilisées. Par exemple, le taux de fibrilles de cellulose, d'«hémicellulose+ lignine » ou encore le taux de porosité de la fibre n'ont pas été mesurés dans le cas de nos fibres. Les variations du taux de « lignine + hémicellulose » ou encore de l'angle microfibrillaire n'ont pas une influence majeure sur le module longitudinal du composite dans ce modèle. De même, il faut atteindre une variation de 40% des taux de porosité de la fibre ou du fil pour atteindre une variation de 10% du module longitudinal du composite. En revanche, l'augmentation du taux de fibrilles de cellulose ou encore de l'angle des fibres dans le fil présente une influence majeure sur le module longitudinal du composite. Ces constatations permettent d'évaluer la sensibilité du modèle par rapport aux paramètres d'entrées.

I.2.2.3 Résultats et discussion

Les résultats du modèle analytique de la fibre sont présentés dans le Tableau 3.21, les modules longitudinal, transverse, le module de cisaillement et le coefficient de Poisson sont donnés dans le repère orthonormé de référence R (O,x,y,z) avec x direction de la fibre.

Propriétés	Modèle analytique		Expérimental	Erreur relative (%)
	Fibres de lin	Fibres de chanvre	chanvre	
E_x (MPa)	56281	73001	64000 ± 2500	14
E_y (MPa)	6811	6265	/	
G_{xy}(MPa)	4263	4000	/	
υ_{xy}	0,199	0,148	/	

Tableau 3.21. Résultats du modèle analytique des fibres de lin et de chanvre.

On constate dans le Tableau 3.21 qu'avec ce modèle très simplifié de la fibre naturelle, on obtient un bon ordre de grandeur du module d'Young longitudinal des fibres de chanvre, lègèrement surestimé (écart de 14% avec nos mesures expérimentales) qui peut être expliqué par des taux de lignine, d'hémicellulose et de cellulose non représentatifs de nos fibres. De plus, avec les données d'entrée utilisées, issues de la littérature, le module longitudinal calculé des fibres de chanvre est nettement supérieur à celui des fibres de lin (73000 MPa contre 56000 MPa) principalement à cause de l'angle

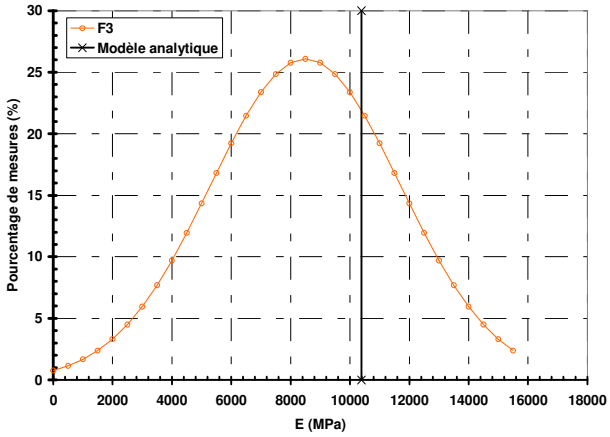
microfibrillaire plus faible dans les fibres de chanvre (6,2° contre 10° pour les fibres de lin). Pour les autres paramètres, nous ne disposons pas de valeurs expérimentales de comparaison dans la littérature. Ces valeurs ont ensuite été utilisées comme données d'entrées pour les renforts dans les modèles analytiques des fils de lin et de chanvre. Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau 3.22. Les modules longitudinal, transverse, le module de cisaillement et le coefficient de Poisson sont donnés dans le repère orthonormé de référence R (O,x,y,z) avec x direction du fil.

Propriétés	**Modèle analytique**		**Expérimental**			
			lin		**chanvre**	
	Fil de lin	**Fil de chanvre**	**Valeur exp.**	**erreur relative (%)**	**Valeur exp.**	**erreur relative (%)**
E_x (MPa)	10389	11348	8500 ± 3200	33	10000 ± 2500	13
E_y (MPa)	1332	1174	/		/	
G_{xy}(MPa)	849	788	/		/	
υ_{xy}	0,26	0,234	/		/	
σ_{rupt} (MPa)	290	290	248 ± 38	17	191 ± 38	52

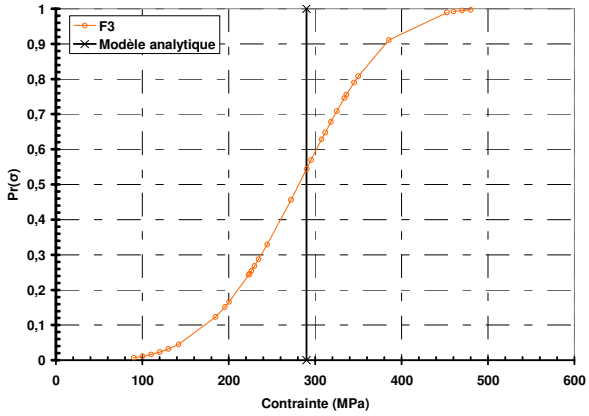
Tableau 3.22. Résultats du modèle analytique des fils de lin et de chanvre.

Dans le Tableau 3.22, on constate tout d'abord que les valeurs calculées pour le fil de lin et de chanvre sont très proches, malgré la différence constatée précédemment sur les fibres. Cela s'explique par un module longitudinal de « l'hémicellulose + lignine » supérieur dans le cas des fibres de lin qui est le résultat d'un taux de lignine et d'hémicellulose plus important (20,17 % contre 18,95 % dans les fibres de chanvre) ainsi que par les modules E_T, G_{LT} et ν_{LT} plus importants dans le cas des fils de lin.

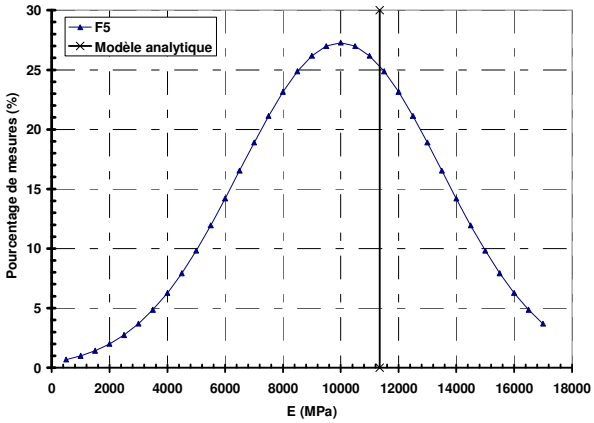
Par comparaison avec les résultats expérimentaux que nous avons obtenus sur les fils, on constate que ce modèle donne de bons ordres de grandeurs. Cependant, les modules d'Young sont légèrement surestimés dans le cas des fils de chanvre (écart de 13 %) et plus largement dans le cas des fils de lin (écart de 33%). De plus, les contraintes à rupture sont plus largement surestimées pour ces deux matériaux avec des écarts de 17% pour les fils de lin et de 52 % pour les fils de chanvre. Pour compléter cette comparaison, nous avons superposé les courbes statistiques expérimentales obtenues sur les fils de lin et de chanvre avec les valeurs calculées par le modèle (Figure 3.26).



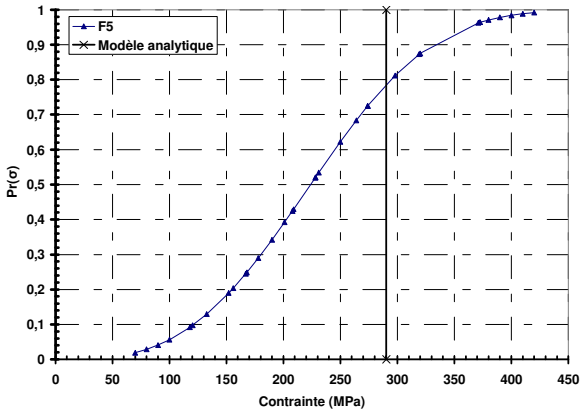
(a) Module d'Young sur fil de lin (F3)



(b) Contrainte maximale sur fil de lin (F3)



(c) Module d'Young sur fil de chanvre (F5)



(d) Contrainte maximale sur fil de chanvre (F5)

Figure 3.26: Comparaison des résultats expérimentaux et des résultats délivrés par le modèle analytique sur les fils de lin (a,b) et de chanvre (c,d).

La Figure 3.26 confirme que les valeurs calculées par le modèle sont bien dans la plage des valeurs expérimentales, mais systématiquement surestimées. Dans le cas des contraintes maximales, les valeurs du modèle analytique correspondent, par exemple, aux valeurs atteintes par 46% des fils de lin et 22% des fils de chanvre testés lors de la campagne expérimentale.

Cette différence entre valeurs calculées et valeurs expérimentales s'explique par la modélisation très simplifiée qui a été effectuée. En particulier, la structure hélicoïdale du fil n'a pas été prise en compte, seul le désalignement des fibres par rapport à l'axe du fil a été inséré dans le modèle. De plus, la rupture par «détissage localisé» n'est pas modélisée. Par ailleurs, les taux d'hémicellulose et de lignine proviennent de données bibliographiques et ne correspondent pas à des valeurs déterminées pour les fibres et les fils de la campagne d'essais expérimentaux. Ce modèle appliqué aux fils naturels ne constitue qu'une première approche dans la modélisation analytique du fil mais permet de faire le lien entre les propriétés mécaniques des constituants élémentaires de la fibre et les propriétés macroscopiques des composites.

Les résultats obtenus avec le modèle analytique des composites sont présentés en Figure 3.27. Pour les composites à renfort lin ou chanvre, les données d'entrée sont les sorties du modèle précédent concernant les fils. Pour le composite verre/époxy, seule l'étape du fil au composite a été modélisée, les données expérimentales sur les fils de verre (Tableau 3.8) ont directement été injectées dans le modèle analytique. Le Tableau 3.23 présente une comparaison des résultats obtenus par ce modèle et des résultats expérimentaux pour des composites avec un taux volumique de fibres voisin de 42%.

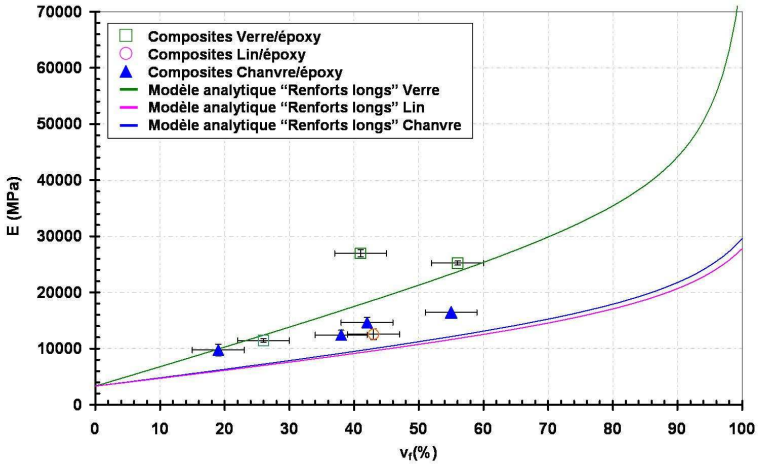
Propriétés	Modèle analytique			Expérimentation					
	Composites (vf = 42%)			Verre/époxy (C2)		Lin/epoxy (C6)		Chanvre/époxy (C20)	
	Verre/époxy	Lin/époxy	Chanvre/époxy	Valeur exp.	erreur relative (%)	Valeur exp.	erreur relative (%)	Valeur exp.	erreur relative (%)
E_x (MPa)	18243	9438	9833	26973 ± 613	32	12545 ± 966	25	14646 ± 909	33
E_y (MPa)	21599	9438	9833	/		/		/	
σ^{rupt} (MPa)	302	246	239	196 ± 20	54	117 ± 10	110,26	115 ± 17	108

Tableau 3.23. Résultats du modèle analytique des composites tissés à v_f=42% verre/époxy, lin/époxy et chanvre/époxy.

Les résultats montrent que pour ces trois composites, les modules sont très largement sous-estimés (avec une erreur relative variant de 25% pour les composites lin/époxy à 32% et 33% pour les composites verre/époxy et chanvre/époxy). De plus, les valeurs des contraintes maximales estimées par le modèle sont totalement fausses, avec des erreurs relatives allant de 54% pour les composites verre/époxy jusqu'à 108 et 110% pour les composites chanvre/époxy et lin/époxy.

Une comparaison systématique a été effectuée pour tous les taux volumiques de fibres testés. Les Figure 3.27 a et b présentent les données expérimentales obtenues superposées aux résultats du modèle analytique en fonction du taux volumique de renfort.

(a)



(b)

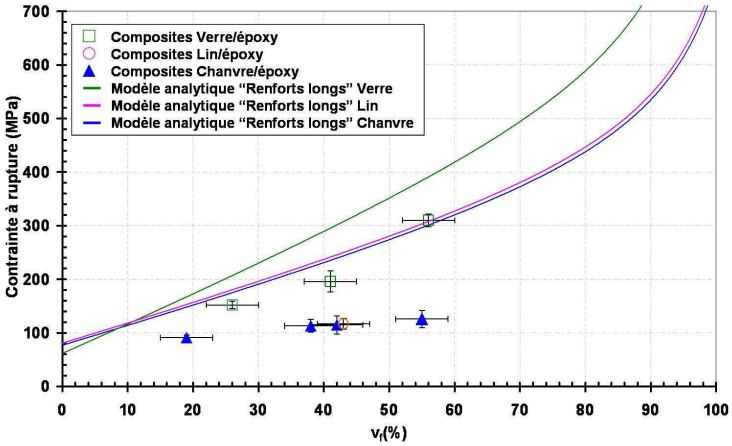


Figure 3.27: Comparaison des modules longitudinaux et des contraintes à rupture des composites verre/époxy, lin/époxy et chanvre/époxy obtenus expérimentalement et par le modèle analytique pour différents taux volumiques de fibres.

La même tendance que celle observée précedemment sur le cas particulier d'un taux volumique de fibres de 42% est mise en évidence pour tous les taux volumiques de fibres testés. Le modèle analytique sous estime très largement les modules d'Young longitudinaux des composites verre/époxy, lin/époxy et chanvre/époxy et donne des valeurs très éloignées des contraintes à rupture de ces matériaux.

Dans le but d'être le plus représentatif possible des propriétés mécaniques des composites chanvre/époxy et notamment pour tenir compte des fortes dispersions constatées expérimentalement sur les fils de chanvre, les lois statistiques se rapportant au module d'Young et à la contrainte maximale des fils de chanvre ont été introduites dans le modèle analytique du composite sur l'exemple d'un taux volumique de renfort de 37%. Pour cela, pour chacune de ces grandeurs, de nouvelles distributions statistiques ont été crées : centrées sur les résultats du modèle analytique du fil mais conservant la forme expérimentale des lois statistiques précédemment déterminées dans notre étude.

Dans un premier temps, les paramètres des lois statistiques sont corrigés en fonction des résultats du modèle.

Ainsi, pour le module d'Young représenté par une courbe de Laplace-Gauss, une nouvelle distribution $Y_{_mod}$ est créée :

$$Y_{_\mathrm{mod}} = \frac{1}{\sigma_{et}\sqrt{2\pi}} e^{\frac{\frac{-1}{2}(X-\mu_\mathrm{mod})}{\sigma^2_{et}}} \tag{49}$$

avec $Y_{_mod}$ l'évolution de la population selon la loi statistique obtenue, σ_{et} l'écart type sur la population étudiée, X le paramètre étudié , μ _mod la moyenne sur la population étudiée.

Dans cette nouvelle loi, la valeur de μ_mod correspond à la valeur du module d'Young calculé à partir du modèle analytique «Renforts courts» du fil, et l'écart type σ_{et} correspond à l'écart type déterminé expérimentalement sur le fil de chanvre (Figure 3.10c).

En ce qui concerne, la distribution des contraintes maximales du fil de chanvre, elle a été approchée par une loi statistique de Weibull :

$$P_{r_\mathrm{mod}}(\sigma) = 1 - e^{\left[\frac{-L}{L_0}\left(\frac{\sigma}{\sigma_{0_\mathrm{mod}}}\right)^m\right]} \tag{50}$$

où la valeur de m correspond à la valeur déterminée expérimentalement sur le fil de chanvre, la valeur de σ_{0_mod} est modifiée jusqu'à ce que la probabilité $P_r(\sigma)$ pour $P_r(\sigma)$ =0,35 soit égale à la valeur de la contrainte calculée à partir du modèle analytique «Renforts courts» du fil.

Puis, une fois ces nouvelles lois statistiques du fil obtenues, elles sont insérées dans le modèle analytique «Renforts longs» du composite.

Pour cela, la distribution du module d'Young du composite est calculée de telle manière qu'à chaque couple (E_fil, $Y_{_mod_fil}$) corresponde un couple (E_ composite, $Y_{_mod_fil}$). De même, à chaque couple (σ_fil, $P_{r_mod(\sigma)_fil}$) de la contrainte maximale du fil de chanvre correspond un couple (σ_composite, $Pr_{_mod(\sigma)_fil}$) (Figure 3.28).

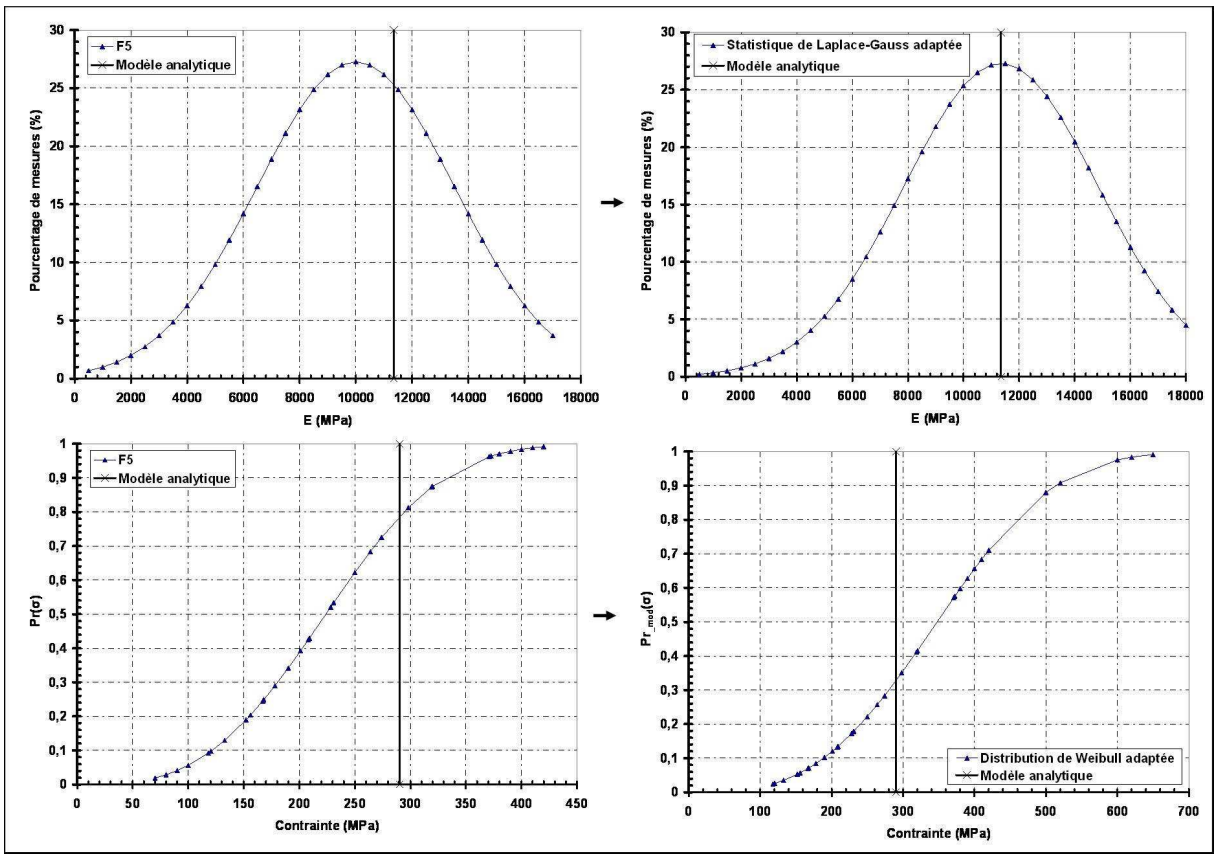
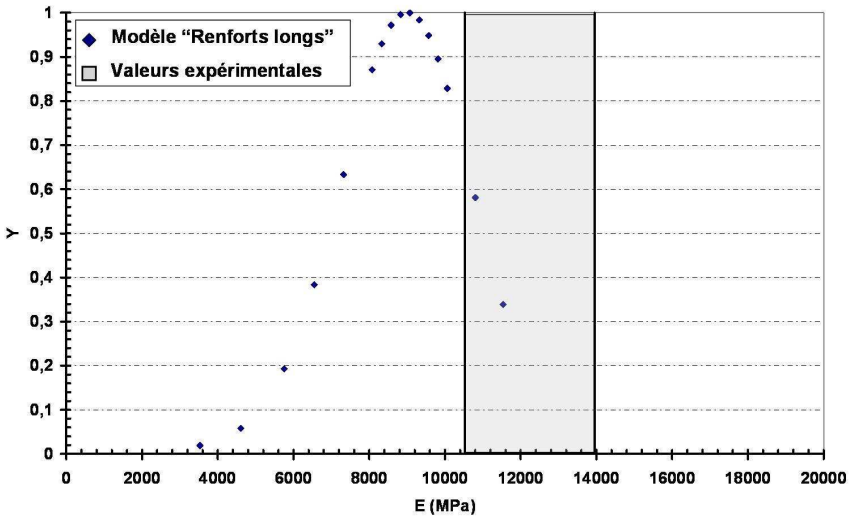


Figure 3.28: Principe d'introduction des grandeurs statistiques sur les fils de chanvre dans la modélisation des composites chanvre/époxy.

En sortie du modèle analytique, les valeurs du module d'Young et de la contrainte à rupture du composite correspondent cette fois à des distributions de valeurs. Les résultats sont présentés en Figure 3.29a pour les modules d'Young et Figure 3.29b pour les contraintes.

(a)



(b)

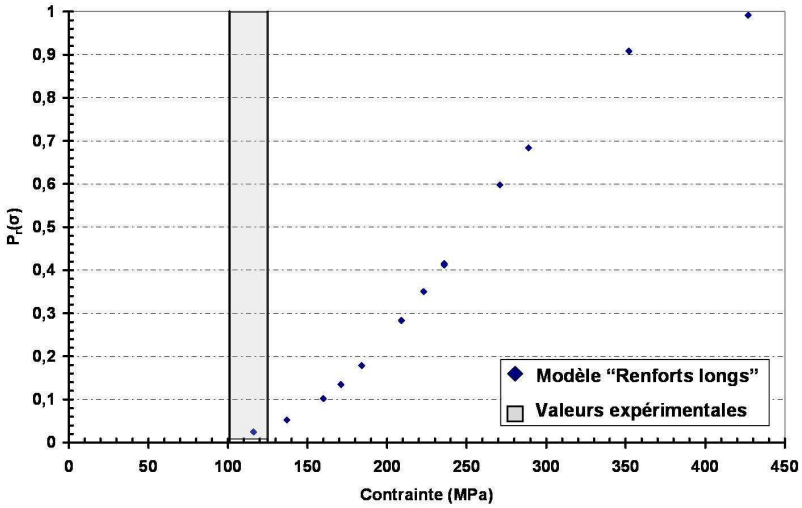


Figure 3.29: Intégration des données statistiques au modèle analytique du module d'Young (a) et de la contrainte à rupture(b) des composites chanvre/époxy avce v_f=37%.

Sur la Figure 3.29, les distributions statistiques calculées par le modèle analytique et les plages de mesures expérimentales (zones grisées) ont été superposées pour les composites chanvre/époxy avec un taux volumique de fibres de 37%. Dans le cas du module d'Young, la distribution issue du modèle analytique, bien que translatée vers les valeurs inférieures, correspond bien à la plage de dispersion des mesures expérimentales. Dans le cas des contraintes à rupture, les valeurs expérimentales des contraintes à rupture obtenues pour ces composites chanvre/époxy sont comprises entre 101MPa et 125 MPa. Sur la distribution issue du modèle analytique, ces valeurs correspondent à une probabilité de 2% ; le modèle analytique prévoit donc que ces valeurs seront atteintes par 98% des composites. La tranche basse de la distribution calculée des contraintes à rupture des composites correspond donc bien

aux valeurs expérimentales. Cependant, on retrouve bien sûr une valeur moyenne largement surestimée.

Ces modèles analytiques très simples ont permis, à partir des propriétés des constituants élémentaires de la fibre de donner, à l'échelle de la fibre, une bonne estimation du module longitudinal. Puis, à l'échelle du fil, la microstructure et le processus de rupture complexe des fils a conduit à une lègère surestimation des propriétés mécaniques du fil par le modèle analytique. A l'échelle du composite, l'intégration de la statistique de Weibull et de la statistique de Laplace-Gauss du fil a permis d'obtenir non pas une valeur mais une distribution de modules d'Young et contraintes maximales du composite. Finalement, cette succession de modèles analytiques permet d'aboutir à une approximation acceptable des valeurs de modules des composites chanvre/époxy à partir des constituants élémentaires de la fibre.

Chapitre II. Mécanismes d'endommagement des composites étudiés

Le but de ce chapitre est d'évaluer et de comparer les mécanismes d'initiation et de développement des endommagements dans les composites verre/époxy, lin/époxy et chanvre/époxy. Deux approches ont été développées :

- *Une approche « macroscopique », qui a pour but de comparer les endommagements à l'échelle « macroscopique » dans ces trois matériaux.*
- *Une approche « microscopique » qui a pour but de retranscrire le scénario de l'évolution des endommagements dans ces matériaux grâce au suivi temporel des mécanismes d'endommagements préalablement identifiés.*

II.1. Caractérisation du développement de l'endommagement dans les composites

A l'échelle macroscopique, le développement des endommagements a été analysé grâce à deux méthodes expérimentales. L'initiation et le développement des endommagements ont été caractérisés grâce au suivi du nombre cumulé d'évènements acoustiques. Les conséquences du développement des endommagements ont été évaluées en caractérisant la perte de rigidité grâce à l'évolution de l'indicateur d'endommagement d. Les comparaisons entre les différents matériaux ont été réalisées à même taux volumiques de fibres. Les différents matériaux utilisés pour cette étude sont répertoriés dans le Tableau 3.24.

Matériaux	Nomenclature	Renfort	Mise en œuvre des composites	Caractéristiques des composites		
		Tissu	Séquence d'empilement	Densité du composite D	v_f (%)	m_f (%)
verre/époxy	C2	T1	$[0/90]_7$	1,48 ± 0,09	41 ± 4	54 ± 4
	C3	T1	$[0/90]_5$	1,376 ± 0,002	26 ± 4	38 ± 4
	C4	T1	$[0/90]_7$	1,737 ± 0,008	56 ± 4	71 ± 4
	C5	T1	$[+45/-45]_7$	1,77 ± 0,02	52 ± 4	69 ± 4
Lin/époxy	C6	T3	$[0/90]_7$	1,255 ± 0,009	43 ± 4	48 ± 4
	C7	T3	$[+45/-45]_7$	1,20 ± 0,02	47 ± 4	50 ± 4
Chanvre/époxy	C8	T5a	$[0/90]_7$	1,24 ± 0,1	19 ± 4	26 ± 4
	C11	T5-105	$[0/90]_7$	1,21 ± 0,01	33 ± 4	37 ± 4
	C20	T6	$[0/90]_7$	1,276 ± 0,005	42 ± 4	48 ± 4
	C21	T6	$[0/90]_7$	1,289 ± 0,003	55 ± 4	60 ± 4
	C14	T5b	$[+45/-45]_7$	1,24 ± 0,01	31 ± 4	36 ± 4
	C22	T6	$[+45/-45]_7$	1,24 ± 0,01	43 ± 4	48 ± 4

Tableau 3.24. Caractéristiques physiques des composites chanvre/époxy, lin/époxy et verre/époxy étudiés.

II.1.1 Caractérisation de l'endommagement cumulé

II.1.1.1 Protocole d'étude

Une analyse quantitative des données d'émission acoustique a été réalisée à partir des courbes présentant le nombre cumulé d'évènements acoustiques au cours de l'essai en fonction du taux de déformation pour chaque éprouvette. Des courbes représentatives pour chaque matériau ont été construites (Figure 3.30). Les courbes obtenues présentent deux phases séparées par un point de jonction noté J. Les pentes des phases primaires φ_I et secondaires φ_{II} sont caractéristiques de la vitesse d'évolution de l'endommagement. Le point de jonction J constitue le démarrage de la phase secondaire, phase d'accélération de l'endommagement dans le matériau. Le point J est caractérisé par les valeurs du taux d'évènements acoustiques $\zeta_{EA\ en\ J}$ et par le taux de déformation ε_J. Chacune de ces grandeurs a servi d'éléments de comparaison entre les différents matériaux testés.

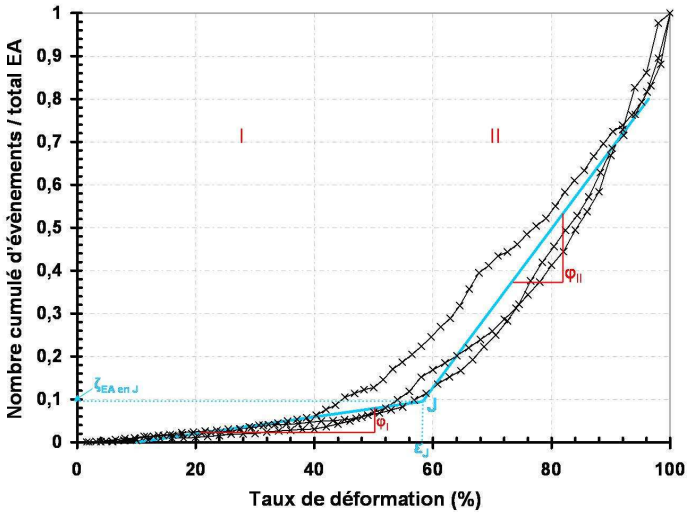


Figure 3.30 : Analyse de l'endommagement à partir du nombre cumulé d'èvènements acoustiques sur composites.

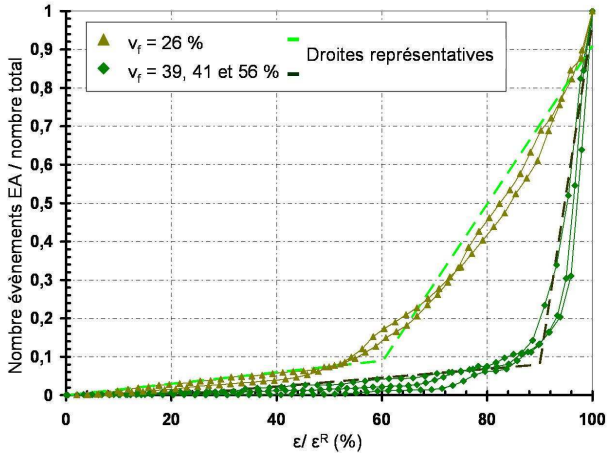
II.1.1.2 Résultats et discussion

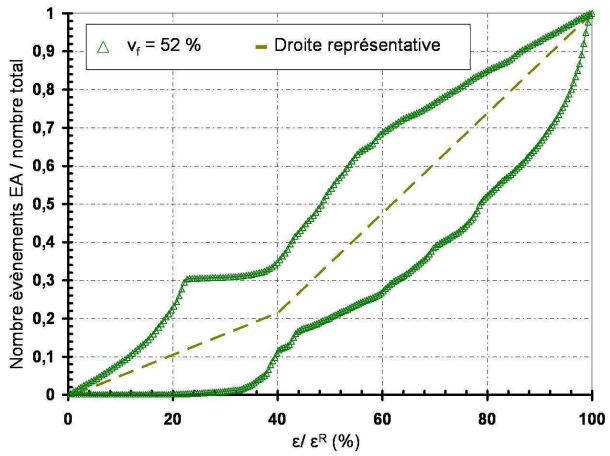
La Figure 3.31 présente l'analyse des essais de traction instrumentés par émission acoustique pour les composites $[0/90]_7$ et $[+45/-45]_7$ verre/époxy, lin/époxy et chanvre/époxy. Pour chaque matériau, au cours de la phase d'initiation, le nombre cumulé d'évènements acoustiques croit lentement puis lors de la phase d'accélération, le nombre cumulé d'évènements acoustiques croit nettement plus rapidement.

Sur la Figure 3.31, on constate que l'allure générale des évolutions d'émission acoustique cumulée est similaire quelle que soit la nature des fibres et le drapage étudié. Seul le composite $[-45/+45]_7$ verre/époxy se démarque des autres : cela peut peut-être s'expliquer par le fait que ce sont les deux seuls essais avec émission acoustique réalisés sur composites infusés. Dans les composites $[0/90]_7$ et $[-45/+45]_7$ chanvre/époxy, plus le taux volumique de fibres est grand, plus la phase d'accélération démarre systématiquement plus tôt, et la courbe d'émission acoustique se place au dessus des autres. A l'inverse, dans les composites verre/époxy $[0/90]_7$, plus le taux volumique de fibres est grand, plus la phase d'accélération démarre tard et la courbe d'émission acoustique se place en dessous des autres.

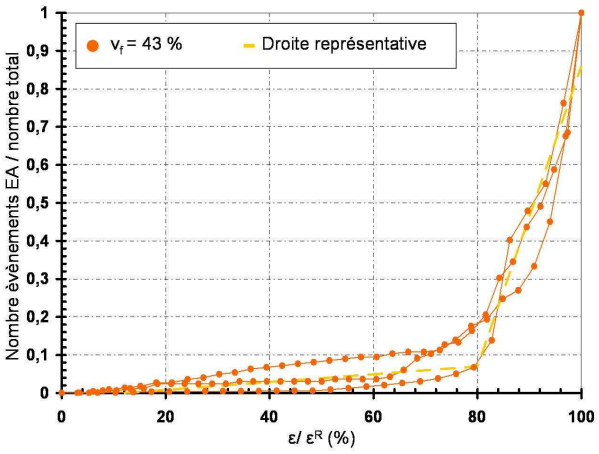
[0/90]$_7$ **[-45/+45]$_7$**

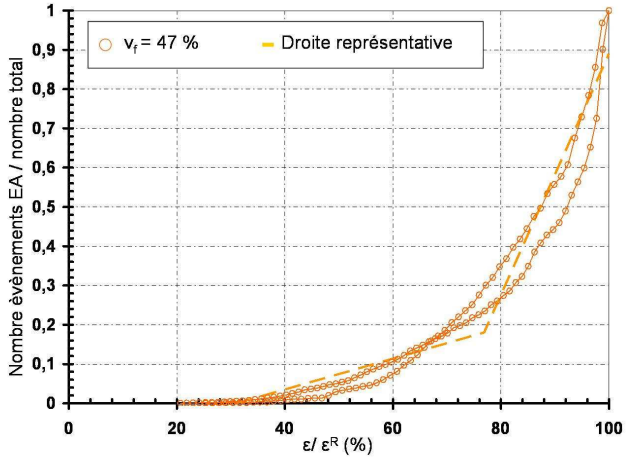
Verre



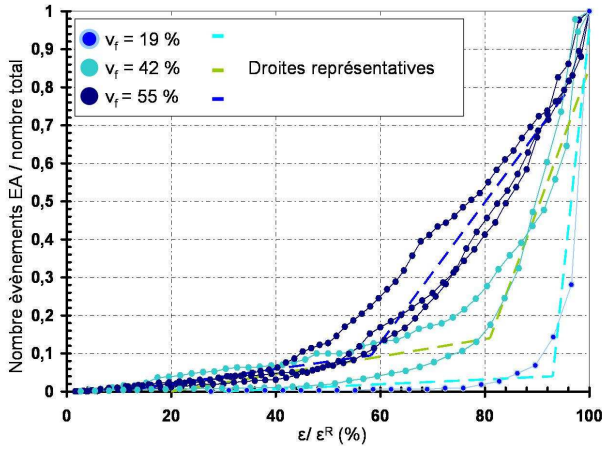


Lin





Chanvre



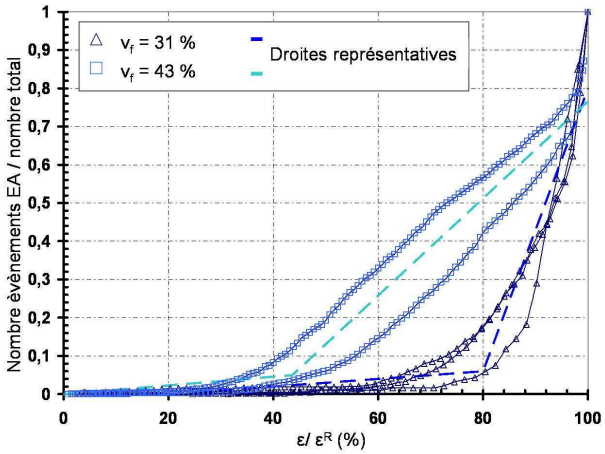


Figure 3.31: Evolutions du nombre cumulé d'évènements acoustiques et leurs courbes représentatives pour des composites [0/90]$_7$ (à gauche) et [+45/-45]$_7$ (à droite) verre/époxy, lin/époxy et chanvre/époxy.

Pour effectuer des comparaisons détaillées, le Tableau 3.25 présente, pour les différents composites testés, les pentes des deux phases identifiées ainsi que le positionnement du point de jonction J.

Matériaux	Nomenclature	Composites v_f (%)	Point de jonction J		Pentes	
			$\varepsilon/\varepsilon_R$ (%)	ζ_{EA} (%)	φ_I	φ_{II}
Verre/époxy $[0/90]_7$	C2-C4	41 ± 4 - 56 ± 4	90	8	0,11	8,90
Verre/époxy $[0/90]_5$	C3	26 ± 4	60	9	0,15	2,06
Verre/epoxy $[+45/-45]_7$	C5	52 ± 4	40	21,5	0,55	1,31
Lin/époxy $[0/90]_7$	C6	43 ± 4	80	7	0,1	3,95
Lin/époxy $[+45/-45]_7$	C7	47 ± 4	77	18	0,39	3,07
Chanvre/époxy $[0/90]_7$	C8	19 ± 4	93	4	0,06	13,09
	C20	42 ± 4	81	14	0,23	3,74
	C21	55 ± 4	58	9,5	0,2	1,85
Chanvre/époxy $[+45/-45]_7$	C14	31 ± 4	80	6	0,1	3,70
	C22	43 ± 4	44	5	0,11	1,27

Tableau 3.25. Données de comparaison de l'évolution du nombre cumulé d'évènements acoustiques dans les composites verre/époxy, lin/époxy et chanvre/époxy

Tout d'abord, les différents matériaux ont été comparés pour un même taux volumique de fibres voisin de 41 ± 1 % : les composites $[0/90]_7$, verre/époxy C2, lin/époxy C6 et chanvre/époxy C20 sont comparés en Figure 3.32.

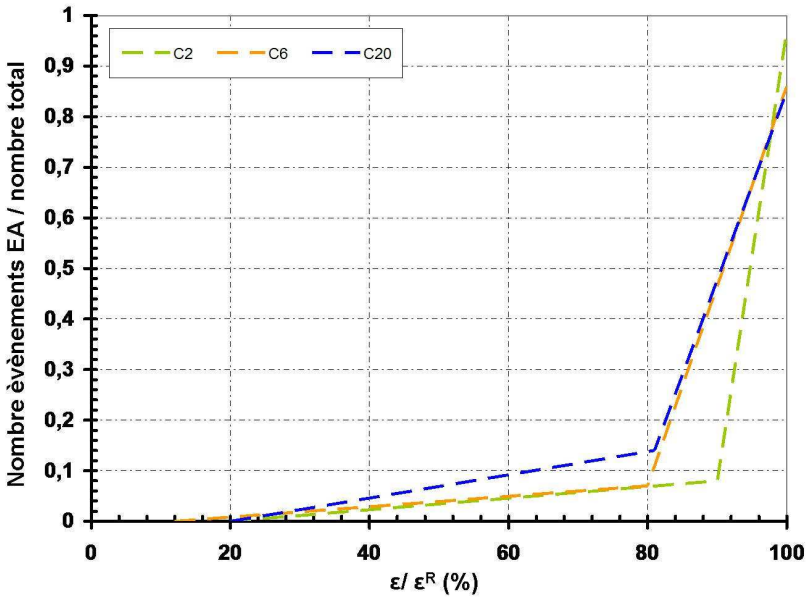


Figure 3.32 : Comparaison des droites représentatives des évolutions du nombre cumulé d'évènements acoustiques pour des composites $[0/90]_7$, verre/époxy (C2), lin/époxy (C6) et chanvre/époxy (C20) pour un taux volumique de fibres voisin de 41%.

Dans un premier temps, les pentes φ_I de ces trois matériaux sont similaires, d'après le Tableau 3.25. La pente φ_I est légèrement supérieure dans le cas des composites chanvre/époxy C20 mais la différence n'est pas assez significative compte tenu des dispersions liées à la méthode de dépouillement. Dans la première phase, les composites lin/époxy et chanvre/époxy $[0/90]_7$ se comportent donc de la même façon face à l'initiation des endommagements que les composites verre/époxy. Dans la phase d'accélération, les composites lin/époxy et chanvre/époxy présentent une même pente φ_{II}, ce résultat est assez cohérent si l'on considère les nombreuses similitudes d'architecture de ces deux types de composites. Le point de jonction J, témoin du démarrage de la phase d'accélération du développement des endommagements dans les composites est atteint pour 80% de la déformation à rupture dans le cas des composites lin/époxy et chanvre/époxy contre 90% dans le cas des composites verre/époxy. Lorsque cette phase d'accélération démarre, seule 8% de l'activité acoustique totale a été enregistrée pour les composites verre/époxy contre 7% et 14% pour les composites lin/époxy et chanvre/époxy. La pente φ_{II} des composites verre/époxy est bien supérieure (8,90 contre 3,74 et 3,95). La seconde phase est donc initiée moins rapidement dans les composites verre/époxy $[0/90]_7$ mais le développement des endommagements est ensuite plus rapide, une fois cette seconde phase initiée. Si lors de la première phase, le taux d'évènement acoustique est équivalent dans les composites verre/époxy et lin/époxy, il devient plus faible dans les composites verre/époxy que dans les deux autres matériaux à partir de 80% de la déformation à rupture (Figure 3.32.).

Les composites verre/époxy et chanvre/époxy à taux volumique de fibres supérieur, voisin de 55 ± 1 %, ont été comparés en Figure 3.33.

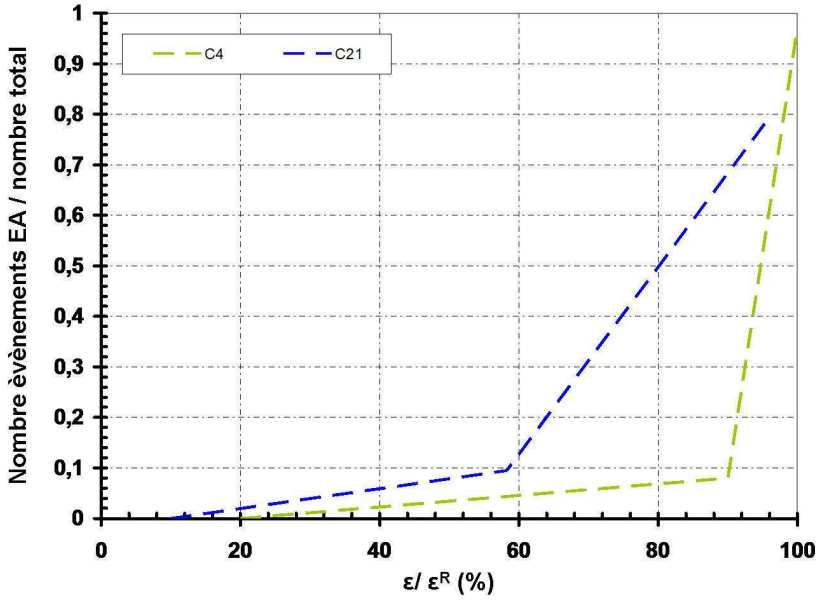


Figure 3.33: Comparaison des droites représentatives des évolutions du nombre cumulé d'évènements acoustiques pour des composites $[0/90]_7$, verre/époxy (C4) et chanvre/époxy (C21) pour un taux volumique de fibres voisin de 55%.

Sur la Figure 3.33, les mêmes tendances que pour un taux volumiques de fibres voisin de 41% sont obtenues. Les pentes φ_I des deux matériaux sont similaires. Le point de jonction J est atteint pour 58% de la déformation à rupture pour les composites chanvre/époxy contre 90% de la déformation à rupture dans le cas des composites verre/époxy. Cependant, une fois la phase d'accélération débutée, la pente $\varphi_{II,}$ des composites verre/époxy est bien supérieure à celle des composites chanvre/époxy (8,90 contre 1,85). Cependant, là encore, le taux d'évènements acoustique détectés reste plus élevé dans les composites chanvre/époxy de type C21 que dans les composites verre/époxy de type C4. Par exemple, pour une déformation à rupture de 80%, le taux d'évènements acoustiques détecté est de 7% dans les composites verre/époxy C4 et de 50% dans les composites chanvre/époxy C21. Cette différence est d'ailleurs plus marquée que dans les composites à plus faible taux volumique de fibres.

Dans le cas des composites chanvre/époxy, les évolutions du nombre cumulé d'évènements acoustiques dans les composites $[0/90]_7$ et $[-45/+45]_7$ ont été comparées sur la Figure 3.34 pour un taux volumique de fibres voisin de 43%.

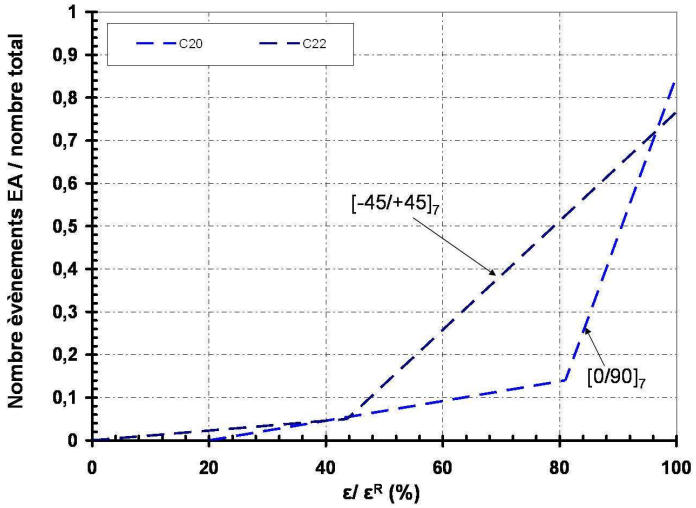


Figure 3.34: Comparaison des droites représentatives des évolutions du nombre cumulé d'évènements acoustiques pour des composites chanvre/époxy $[0/90]_7$ (C20) et $[+45/-45]_7$ (C22) pour un taux volumique de fibres voisin de 43%.

La pente φ_I des composites $[0/90]_7$ est légèrement plus importante que celle des composites $[+45/-45]_7$ (0,23 contre 0,11) d'après le Tableau 3.25. Le point de jonction est atteint beaucoup plus tôt dans les composites $[+45/-45]_7$: 44% de la déformation à rupture contre 81 % dans les composites $[0/90]_7$. Le taux d'évènements acoustiques est plus élevé dans les composites chanvre/époxy $[+45/-45]_7$ à partir de 44% de la déformation à rupture. Les résultats indiquent bien un endommagement plus important et qui s'initie plus tôt dans les composites $[+45/-45]_7$. Dans ce type d'essai, l'interface, plus particulièrement sollicitée, entraîne un endommagement plus important bien que lors de la phase d'accélération la résistance à l'endommagement soit plus importante dans les composites $[+45/-45]_7$.

Dans le cas des composites lin/époxy, la même comparaison a été effectuée entre les composites $[0/90]_7$ et $[+45/-45]_7$ (Figure 3.35).

.

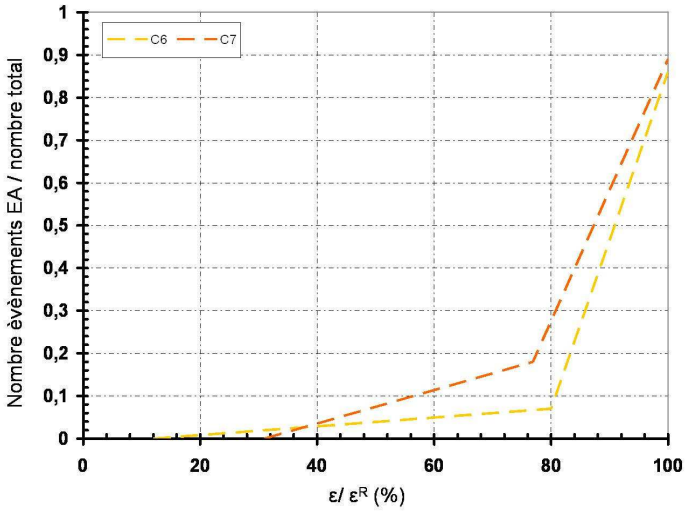


Figure 3.35: Comparaison des droites représentatives des évolutions du nombre cumulé d'évènements acoustiques pour des composites lin/époxy $[0/90]_7$ (C6) et $[+45/-45]_7$ (C7).

Pour ce matériau, quel que soit le drapage, les évolutions des courbes du nombre cumulé d'èvènements acoustiques sont très similaires. La pente φ_I des composites $[0/90]_7$ est légèrement plus importante que celle des composites $[+45/-45]_7$ (0,39 contre 0,10) d'après le Tableau 3.25. Le point de jonction est atteint pour une même valeur du pourcentage de déformation à rupture : 77% de la déformation à rupture dans les composites $[+45/-45]_7$ contre 80 % dans les composites $[0/90]_7$. Le taux d'évènements acoustiques est lègèrement plus élevé dans les composites lin/époxy $[+45/-45]_7$.

Par la suite, les deux natures de fibres : lin et chanvre pour le drapage $[-45/+45]_7$ ont été comparées. La Figure 3.36 présente la comparaison des composites lin/époxy C7 et chanvre/époxy C22.

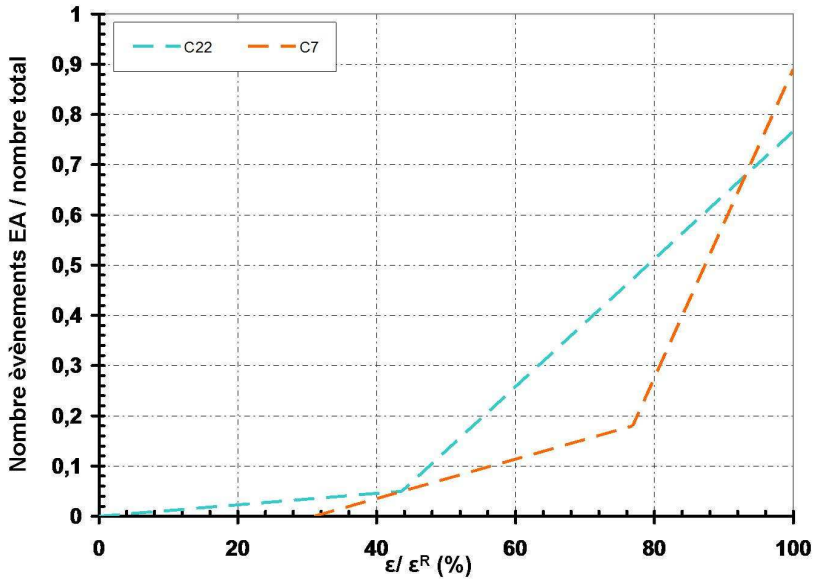


Figure 3.36: Comparaison des droites représentatives des évolutions du nombre cumulé d'évènements acoustiques pour des composites [-45/+45]$_7$, lin/époxy (C7) et chanvre/époxy (C22) pour un taux volumique de fibres voisin de 45%.

Pour un taux volumique de fibres de voisin de 45 %, la pente φ_I des composites [-45/+45]$_7$ lin/époxy est plus importante que celle des composites chanvre/époxy (0,39 contre 0,11) d'après le Tableau 3.25. Le point de jonction est atteint beaucoup plus tôt dans les composites chanvre/époxy : 44% de la déformation à rupture contre 77 % dans les composites lin/époxy. Le taux d'évènements acoustique est plus élevé dans les composites chanvre/époxy que dans les composites lin/époxy. Par exemple, pour un pourcentage de déformation à rupture de 80%, le taux d'évènements acoustiques est de 27% pour les composites lin/époxy contre 51% pour les composites chanvre/époxy. Cependant, dans la phase d'accélération, la résistance à l'endommagement est plus importante dans les composites chanvre/époxy avec une pente φ_{II} de 1,27 contre 3,07 pour les composites lin/époxy.

II.1.1.3 Bilan sur la caractérisation de l'endommagement cumulé

Ces résultats ont permis de comparer l'initiation et le développement des endommagements enregistrés par émission acoustique dans les composites à fibres naturelles et à fibres synthétiques pour différents taux volumiques de fibres. Ces résultats montrent que, quels que soient le matériau, l'empilement et le taux volumique de fibres, l'allure générale du nombre cumulé d'évènements acoustiques est toujours la même : une première phase quasi linéaire d'initiation, puis à partir d'une valeur seuil (notée J), une deuxième phase d'accélération des phénomènes, menant à la rupture de l'échantillon.

Pour les drapages [0/90]$_7$, quel que soit le taux volumique de fibres, les résultats ont montré un comportement similaire pour le lin/époxy et le chanvre/époxy mais différent de celui du verre/époxy.

En effet, le seuil J est retardé dans les composites verre/époxy, qui connaissent ensuite une phase d'accélération plus rapide que les composites à fibres naturelles.
Pour les drapages $[-45/+45]_7$, la courbe cumulée d'émission acoustique est la même que pour le drapage $[0/90]_7$ dans les composites lin/époxy, mais très différente dans les composites chanvre/époxy.
Enfin concernant l'influence du taux volumique de fibres, dans les composites chanvre/époxy $[0/90]_7$, plus ce taux est important, plus l'initiation de l'endommagement est précoce ($\varepsilon_J/\varepsilon^R$ faible) et plus la résistance au développement des endommagements est importante dans la phase d'accélération (φ_{II} faible). Dans les composites verre/époxy, le comportement est totalement inversé : plus le taux volumique de fibres est élevé, plus l'initiation de l'endommagement détectée par émission acoustique survient tard ($\varepsilon_J/\varepsilon^R$ grand) et plus la résistance à la propagation des endommagements est faible dans la phase d'accélération (φ_{II} élevée). Ces résultats montrent donc la complexité des phénomènes mis en jeu : l'influence de la nature des fibres utilisées, de la qualité de l'interface et du drapage considéré. Les conséquences de ces endommagements sur les propriétés mécaniques macroscopiques des composites ont ensuite été évaluées grâce à l'évolution du paramètre d'endommagement d.

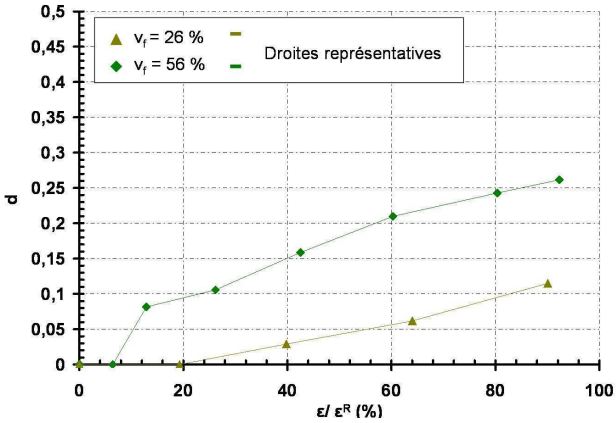
II.1.2 Caractérisation de la perte de rigidité

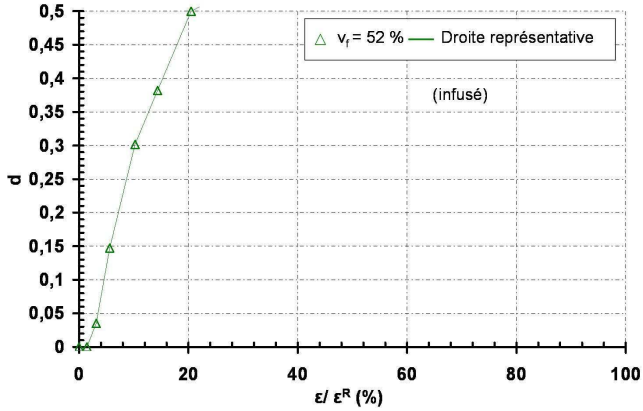
II.1.2.1 **Protocole d'étude**

La Figure 3.37 présente l'analyse des essais de traction CRP pour les composites $[0/90]_7$ et $[+45/-45]_7$ verre/époxy, lin/époxy et chanvre/époxy.
Pour chaque matériau, le paramètre d'endommagement d est défini d'après l'équation (4). Les valeurs des modules d'Young initiaux sont présentées en Annexe IV. Pour chaque matériau, les courbes d'évolution du paramètre d obtenues sont présentées en fonction du pourcentage de la déformation à rupture pour différents taux volumiques de fibres. Une courbe représentative de l'évolution du paramètre d a été tracée et associée à des barres d'erreurs représentant la dispersion entre les différents essais menés sur un même matériau.

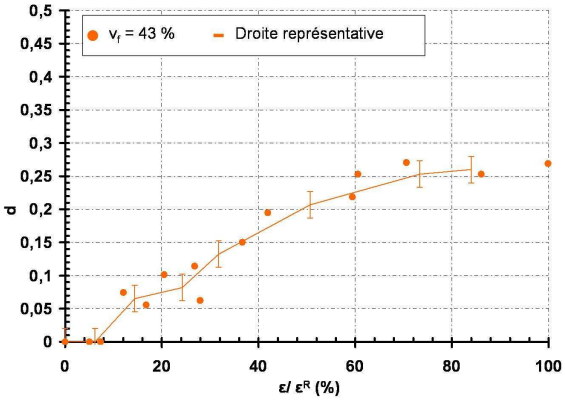
[0/90]$_7$ **[-45/+45]$_7$**

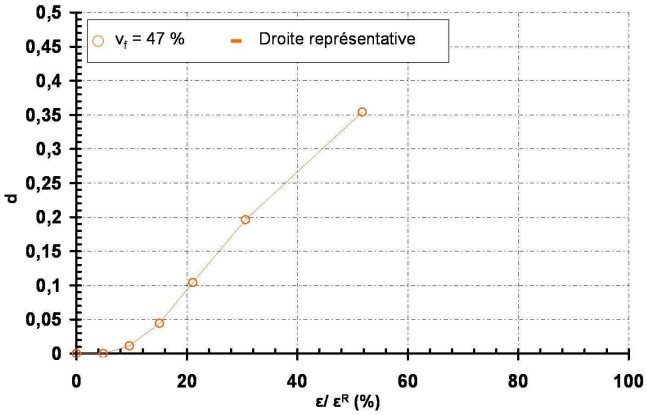
Verre



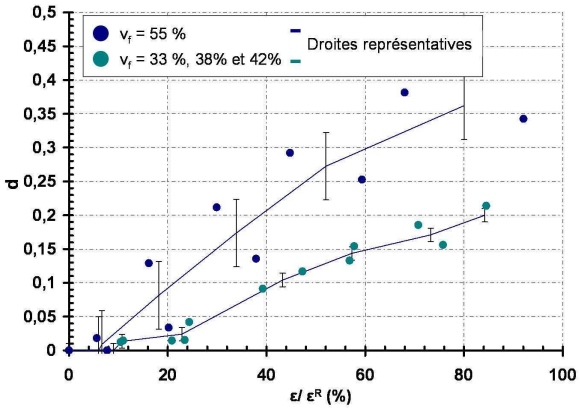


Lin





Chanvre



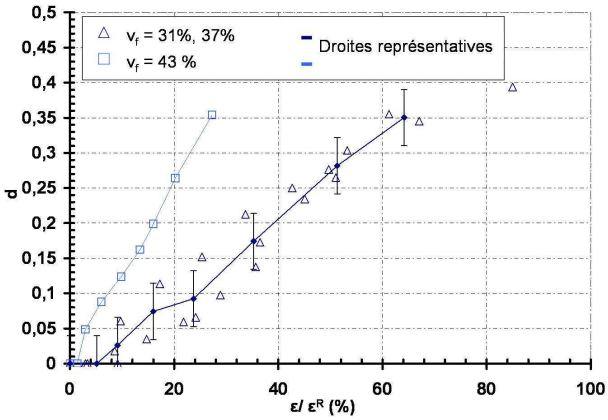


Figure 3.37: Evolution du paramètre d'endommagement d pour des composites [0/90]$_7$ (à gauche) et [+45/-45]$_7$ (à droite) verre/époxy, lin/époxy et chanvre/épox.y

Contrairement aux constatations effectuées sur les évolutions des nombres cumulés d'émission acoustique, les drapages [0/90]$_7$ et [-45/+45]$_7$ présentent des allures distinctes. De plus, la Figure 3.37 montre que quel que soit le composite, plus le taux volumique de fibres est élevé, plus l'indicateur

d'endommagement est élevé. La perte de rigidité présente donc la même dépendance au taux volumiques de fibres dans les composites verre/époxy et chanvre/époxy. Dans le cas des composites chanvre/époxy $[+45/-45]_7$ où les taux volumiques de fibres sont assez proches, cette différence peut, peut être, également être attribuée aux grammages différents des composites (267 g/m² pour ceux correpondants à un v_f de 43% contre 193 g/m² pour un v_f de 37% et 199 g/m² pour un v_f de 31%). Pour affiner les comparaisons, des courbes de comparaisons ont été tracées.

Tout d'abord, pour un même taux volumique de fibres, voisin de 30 %, les composites $[0/90]_7$, verre/époxy C3 et chanvre/époxy C11 sont comparés en Figure 3.38.

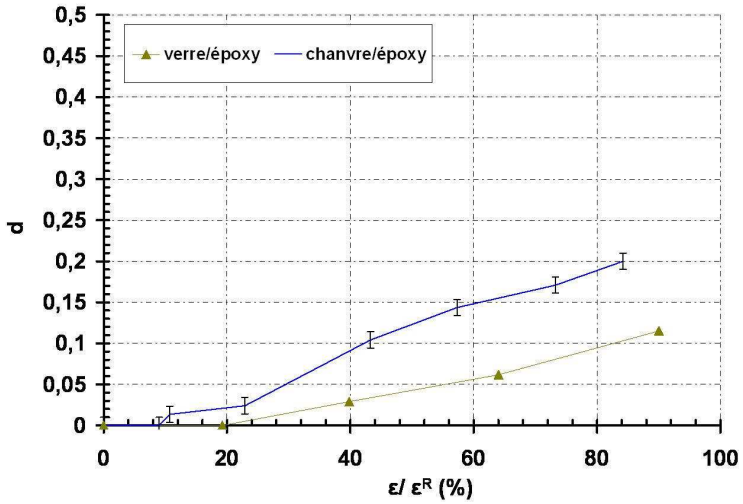


Figure 3.38: Courbe d'évolution et du paramètre d'endommagement d pour des composites $[0/90]_7$: verre/époxy (C3) et chanvre/époxy (C11) pour un taux volumique de fibres équivalent.

La perte de rigidité débute plus tôt dans les composites chanvre/époxy (9% de la déformation à rupture) que dans les composites verre/époxy (19% de la déformation à rupture). De plus, pour une même valeur du pourcentage de déformation à rupture, la perte de rigidité est plus importante dans les composites chanvre/époxy. Cette différence est plus marquée entre 40% et 90% de la déformation à rupture (Figure 3.38). Par exemple, pour une valeur de 80 % de la déformation à rupture, le paramètre d'endommagement atteint une valeur de 0,19 pour les composites chanvre/époxy et de 0,1 pour les composites verre/époxy.

Pour un taux volumique de fibres plus élevé, voisin de 55 ± 1 %, les composites $[0/90]_7$, verre/époxy C4 et chanvre/époxy C21 sont comparés en Figure 3.39.

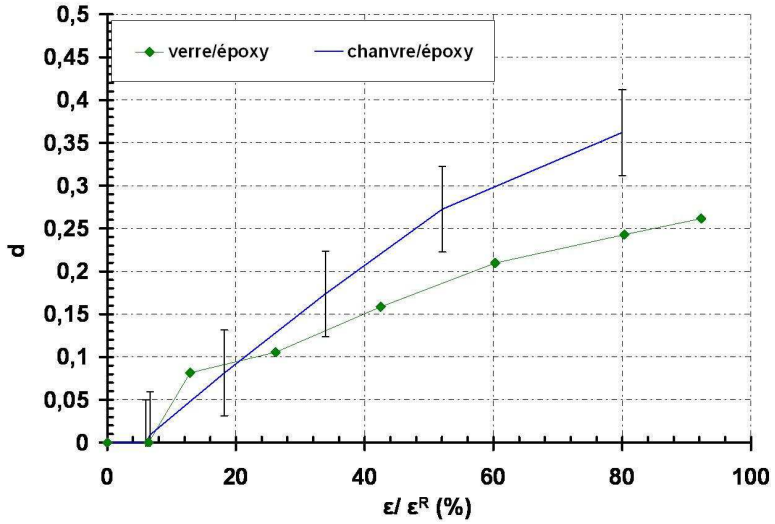


Figure 3.39: Courbe d'évolution du paramètre d'endommagement d pour des composites $[0/90]_7$: verre/époxy (C4) et chanvre/époxy (C21) pour un taux volumique de fibres équivalent.

Le seuil de perte de rigidité démarre pour un même pourcentage de la déformation à rupture dans les composites verre/époxy et chanvre/époxy. Avant 40% de la déformation à rupture, les deux composites présentent des pertes de rigidité similaires.

A partir de 44% de la déformation à rupture, la perte de rigidité est plus importante dans les composites chanvre/époxy que dans les composites verre/époxy (Figure 3.39). Par exemple, pour une valeur de 80% de la déformation à rupture, le paramètre d'endommagement atteint une valeur de 0,36 pour les composites verre/époxy contre 0,24 pour les composites chanvre/époxy.

Enfin, concernant le drapage $[-45/+45]_7$, la comparaison n'a été effectuée que sur les composites lin/époxy et chanvre/époxy obtenus par moulage sous pression (Figure 3.40).

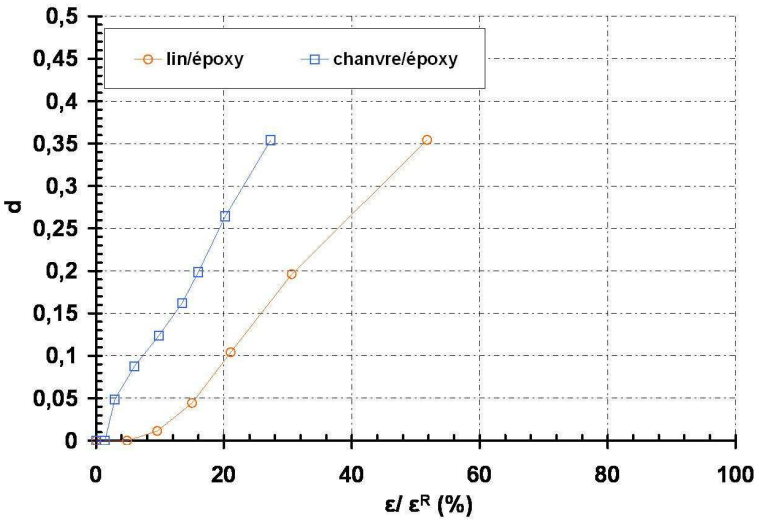


Figure 3.40: Courbes d'évolution du paramètre d'endommagement d pour des composites $[+45/-45]_7$: lin/époxy (C7) et chanvre/époxy (C22) pour un taux volumique de fibres voisin de 45%.

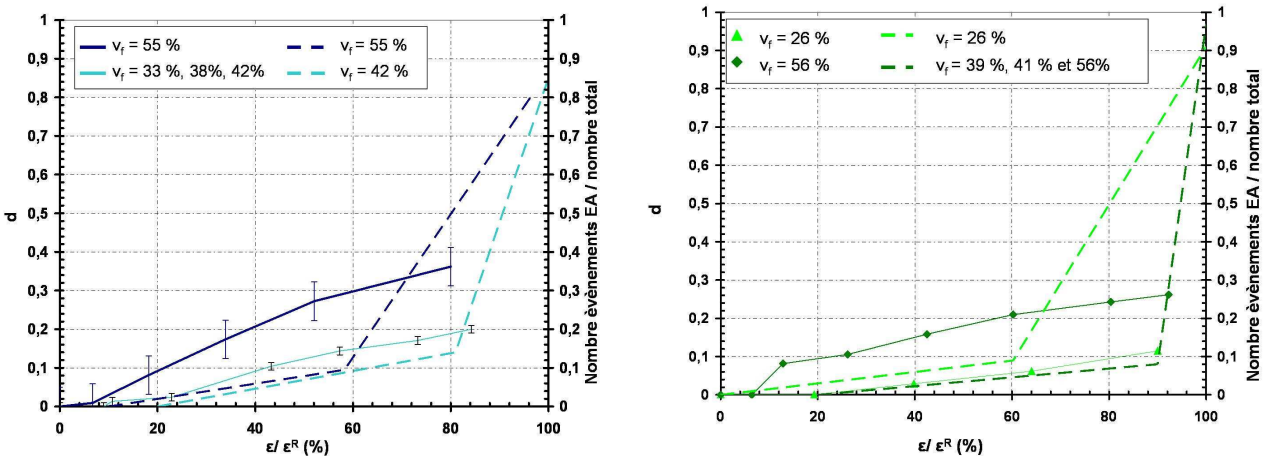
Les composites $[-45/+45]_7$ chanvre/époxy présentent une valeur de d toujours supérieure à celle des composites lin/époxy dès 4% de la déformation à rupture (Figure 3.40) ce qui indique une perte de rigidité plus importante dans les composites chanvre/époxy $[+45/-45]_7$. De plus, pour tous les matériaux, la vitesse de la perte de rigidité est beaucoup plus élevée dans les drapages $[+45/-45]_7$ que dans les $[0/90]_7$ (Figure 3.37).

II.1.2.2 Conclusions sur la caractérisation de la perte de rigidité

Ces résultats ont permis d'étudier l'évolution d'un autre indicateur d'endommagement : la perte de rigidité, dans les composites à fibres naturelles et à fibres synthétiques pour différents taux volumiques de fibres. Pour tous les taux volumiques de fibres, la perte de rigidité est plus importante dans les composites chanvre/époxy que dans les composites verre/époxy. Cette perte de rigidité est systématiquement plus importante pour les plus forts taux volumiques de fibres et pour le drapage $[+45/-45]_7$, quel que soit le matériau testé. Afin de mieux évaluer le degré de couplage des deux indicateurs d'endommagement, une comparaison systématique a été réalisée.

II.1.3 Comparaison des indicateurs d'endommagement

La Figure 3.41 présente l'évolution des deux indicateurs d'endommagement pour les composites $[0/90]_7$ chanvre/époxy et verre/époxy pour différents taux volumiques de fibres.



(a) **(b)**

Figure 3.41: Evolutions comparées du nombre cumulé d'évènements acoustiques (pointillés) et du paramètre d'endommagement d (trait plein) pour des composites $[0/90]_7$ (a) chanvre/époxy et (b) verre/époxy.

Dans les composites chanvre/époxy, la Figure 3.41a montre que, pour les plus forts taux volumiques de fibres, le taux d'évènements acoustique est plus fort et s'associe à une perte de rigidité supérieure à celles des autres matériaux. A l'inverse, dans les composites verre/époxy, la perte de rigidité plus

élevée pour les forts taux volumiques de fibres s'accompagne d'un taux d'évènements acoustiques plus faible (Figure 3.41b). De plus, les seuils de perte de rigidité sont systématiquement plus précoces que les seuils de développement des évènements acoustiques. En effet, si l'on se base sur un taux de 2% d'évènements acoustiques cumulés pour indiquer le seuil de détection d'évènements acoustiques, dans les composites chanvre/époxy, ce taux est atteint pour un pourcentage de déformation à rupture de 29% contre 11% pour les premières valeurs de détection de la perte de rigidité dans ces mêmes matériaux. De même, dans les composites verre/époxy, un taux de 2% d'évènements acoustiques est atteint pour un pourcentage de déformation à rupture de 13% contre 24% pour les premières valeurs de détection de la perte de rigidité dans ces mêmes matériaux. Enfin, les cinétiques d'évolution de ces deux indicateurs d'endommagements sont complètement différentes. Ces résultats soulignent la différence qui existe entre ces deux indicateurs d'endommagement et les précautions qu'il est donc nécessaire de prendre pour les utiliser. Pour ce type de composites à renforts tissés, l'indicateur d'endommagement d, largement utilisé pour la modélisation de l'endommagement, n'est pas seulement lié à des endommagements détectables par émission acoustique mais également à d'autres phénomènes. Dans ces matériaux, comme le soulignent Gorbatikh et al. [81] dans leurs travaux, l'évolution du paramètre d'endommagemnt d doit être interprété avec prudence.

Pour atteindre une rigidité plus grande des composites à fibres naturelles, et ainsi concurrencer les fibres de verre, la solution la plus simple est d'augmenter le taux volumique de fibres dans le composite. Cependant, comme le montrent ces résultats, cela entraîne une initiation plus précoce des endommagements détectés par émission acoustique et une accélération de la perte de rigidité sous sollicitation. Pour comprendre précisément les différents mécanismes mis en jeu durant l'essai, une analyse à l'échelle des constituants des différents types d'endommagements a été réalisée.

II.2. Caractérisation du développement des endommagements à l'échelle des constituants

Une méthode d'analyse multi-échelle par émission acoustique couplée à des observations par microscope électronique à balayage a été développée pour identifier les mécanismes d'endommagement propres à chaque échelle de la microstructure des composites verre/époxy et chanvre/époxy. Le but est de comparer les scénarios d'endommagement des différents matériaux étudiés.

II.2.1 Identification des amplitudes propres aux mécanismes d'endommagement

Afin de reconstituer le processus d'endommagement de ces matériaux, l'identification des amplitudes propres aux mécanismes d'endommagement a tout d'abord été effectuée.

II.2.1.1 **Analyse multi-échelle par émission acoustique**

II.2.1.1.1. Méthode

Les signatures acoustiques propres à chaque matériau : la résine pure, le fil seul et le composite $[0/90]_7$ ont été caractérisées au moyen d'essais de traction instrumentés par émission acoustique. Les évènements acoustiques enregistrés ont été classés en fonction de leur amplitude pour un ensemble d'éprouvettes d'un même matériau. Le nombre d'évènements par amplitude a été moyenné sur l'ensemble des éprouvettes d'un même matériau pour créer la courbe expérimentale de la distribution des évènements acoustiques pour chaque matériau. Le nombre d'éprouvettes testées par matériau dépend de la reproductibilité des résultats.
Une loi statistique de type Laplace-Gauss a été utilisée pour approcher les courbes expérimentales ; le mode ainsi que la gamme, la largeur de la courbe à mi-hauteur, ont été utilisées pour caractériser les lois statistiques.

II.2.1.1.2. Application aux composites chanvre/époxy

La Figure 3.42 présente les courbes expérimentales de la distribution des amplitudes des évènements acoustiques et la loi statistique associée pour le fil de chanvre seul (Figure 3.42a), la résine pure (Figure 3.42b) et le composite chanvre/époxy $[0/90]_7$ (Figure 3.42c).

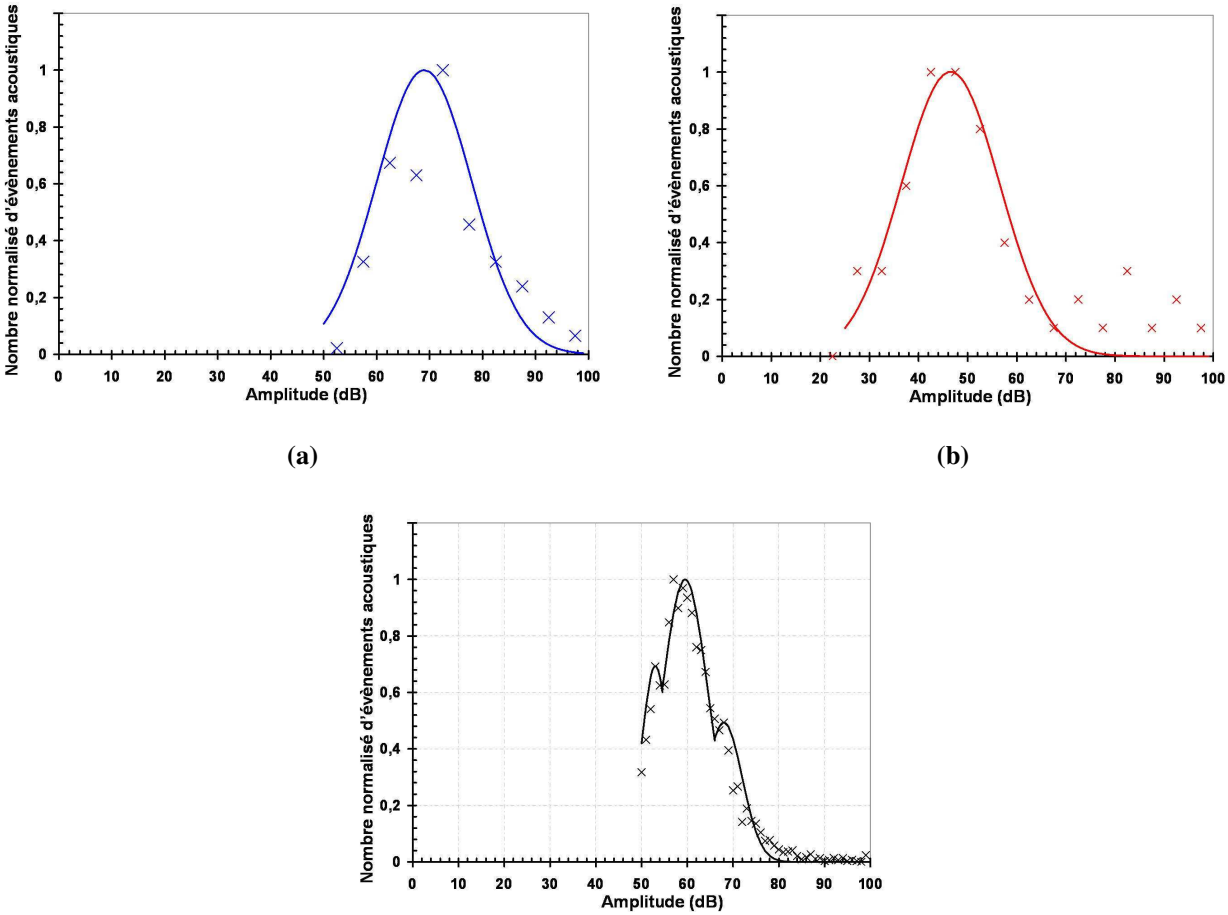


Figure 3.42: Courbes expérimentales et profils statistiques des distributions des amplitudes des évènements acoustiques sur (a) fil de chanvre, (b) résine époxy, (c) composites chanvre/époxy [0/90]$_7$.

La distribution des amplitudes des évènements acoustiques du fil de chanvre seul présente un mode de 69 ± 10 dB et une gamme allant de 58 à 79 dB (Figure 3.42a). Le mode, pour la résine pure, déterminé par l'approche statistique de Laplace-Gauss, est de 47 ± 12 dB avec une gamme allant de 35 à 58 dB (Figure 3.42b). La distribution des amplitudes des évènements acoustiques du composite tissé chanvre/époxy est présentée en Figure 3.42c. Trois lois de type Laplace-Gauss ont été utilisées pour approcher la courbe expérimentale. Les résultats (Figure 3.42c) indiquent trois modes différent à 53 ± 4 dB, 59 ± 6 dB et 68 ± 5 dB, avec des gammes respectives allant de 50 à 57 dB, 54 à 65 dB et 64 à 73 dB.

Pour analyser la pertinence des gammes identifiées, trois essais sur un composite chanvre/époxy [+45/-45]$_7$ de type C15 ont été soumis à la même analyse statistique. La Figure 3.43 montre la comparaison des courbes expérimentales des distributions d'amplitude des évènements acoustiques obtenues sur les composites [0/90]$_7$ et [-45/+45]$_7$.

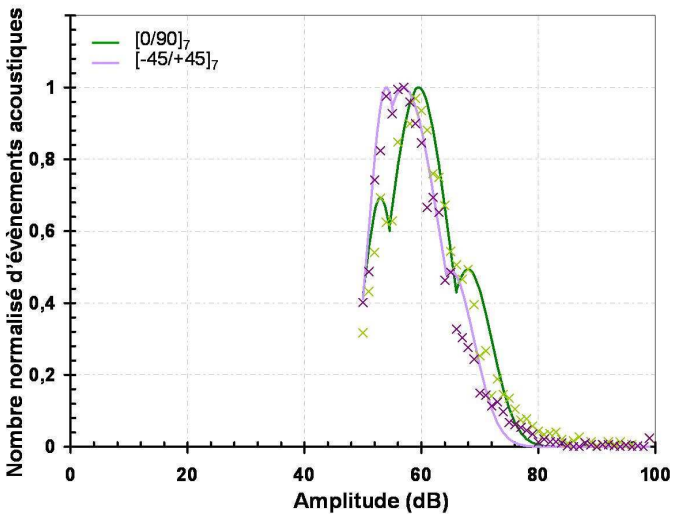


Figure 3.43: Courbe expérimentale des amplitudes des évènements acoustiques enregistrés sur les composites chanvre/époxy $[0/90]_7$ et $[-45/+45]_7$.

Dans le cas du composite tissé chanvre/époxy $[-45/+45]_7$, trois lois de type Laplace-Gauss ont été également déterminées, les amplitudes des trois pics déterminés sont très proches pour les deux types de composites. Les différences peuvent s'expliquer par un plus faible nombre d'essais dans le cas des composites $[-45/+45]_7$. Cependant, ces résultats montrent une forte adéquation des profils de distribution des amplitudes des évènements acoustiques et valident cette analyse. La suite de l'étude sera réalisée sur le profil des composites chanvre/époxy $[0/90]_7$ qui regroupent un plus grand nombre d'éprouvettes testées.

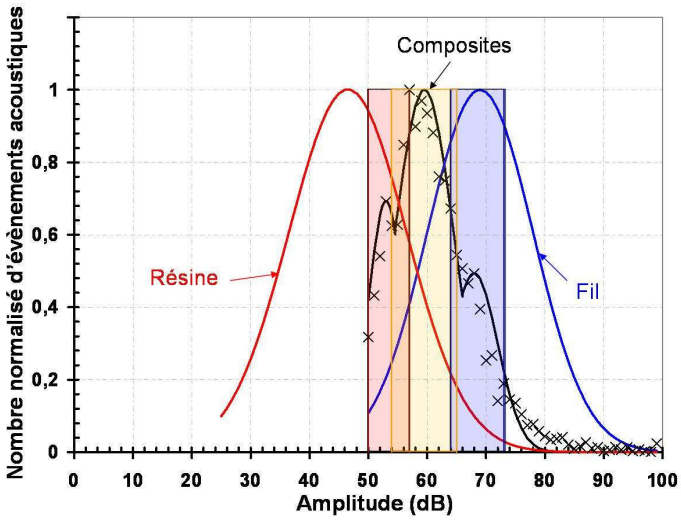
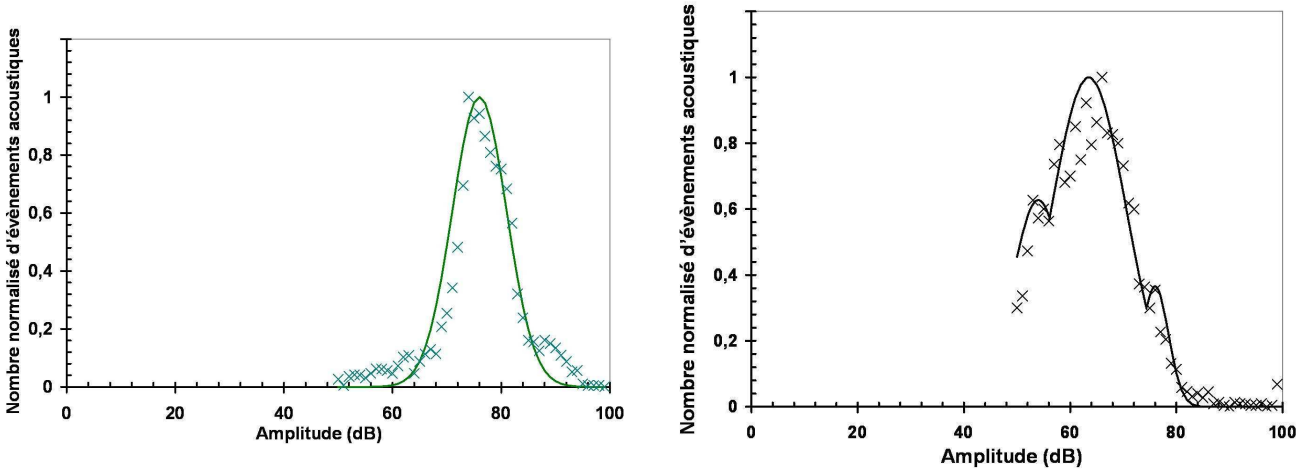


Figure 3.44: Courbes expérimentale et statistique des amplitudes des évènements acoustiques enregistrés sur les composites chanvre /époxy et profils statistiques pour la résine pure et le fil de chanvre seul.

La comparaison entre la courbe relative au composite et les courbes associées à la résine pure et au fil de chanvre seul (Figure 3.45) indique que le premier pic enregistré sur le composite est proche du mode de la résine pure (53 ± 4 dB contre 47 ± 12 dB), et le troisième pic correspond à celui obtenu sur le fil de chanvre seul (68 ± 5 dB pour 69 ± 10 dB).

II.2.1.1.3. Application aux composites verre/époxy

Une approche similaire a été menée sur les composites verre/époxy. La Figure 3.45 présente les courbes expérimentales de la distribution des amplitudes des évènements acoustiques et la loi statistique associée pour le fil de verre seul (Figure 3.45a), et le composite verre/époxy $[0/90]_7$ (Figure 3.45b).



(a) **(b)**

Figure 3.45: Courbes expérimentales et profils statistiques des distributions des amplitudes des évènements acoustiques sur (a) fil de verre, (b) composites verre/époxy $[0/90]_7$.

La distribution des amplitudes des évènements acoustiques du composite tissé verre/époxy est comparée aux courbes relatives à la résine pure et au fil de verre seul (Figure 3.46).

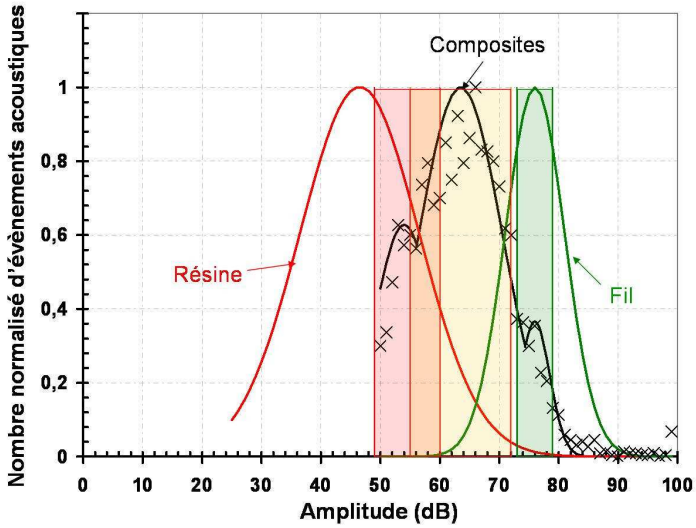


Figure 3.46: Courbes expérimentale et statistique des amplitudes des évènements acoustiques enregistrés sur les composites verre /époxy, la résine pure et le fil de verre seul.

Tout comme dans les composites chanvre/époxy, la courbe expérimentale de la distribution des amplitudes des évènements acoustiques dans les composites verre/époxy présentent trois modes différents situés à 54 ± 6 dB, 63 ± 9 dB and 76 ± 3 dB associés à leurs gammes respectives: 49-60 dB, 55-72 dB, 73-79 dB. Le premier mode identifié est très proche du premier mode détecté pour les composites chanvre/époxy (54 ± 6 dB contre 53 ± 4 dB). Les deux autres modes sont caractérisés par des amplitudes plus grandes que celles détectées pour les composites chanvre/époxy. De la même manière, le premier pic enregistré sur le composite verre/époxy est proche du mode de la résine pure (54 ±6 dB contre 47 ± 12 dB), et le troisième pic correspond à celui obtenu sur le fil de verre seul (76 ± 3 dB pour 76 ± 6 dB) (Figure 3.46).

II.2.1.2 Observation des mécanismes d'endommagement

Des observations en microscopie électronique à balayage ont été effectuées sur les faciès de rupture des composites chanvre/époxy et verre/époxy. Les deux types d'endommagement clairement identifiés par la méthode d'émission acoustique ont été observés dans les deux matériaux (Figure 3.47). En effet, des fissurations matricielles dans les zones caractérisées par une densité faible de fibres et des ruptures de fil de chanvre et de verre ont été détectées dans les composites verre/époxy (Figure 3.47 b,f) et chanvre/époxy (Figure 3.47a,e). Il est donc possible d'associer le pic «faible amplitude» détecté dans les composites verre/époxy et chanvre/époxy à des fissurations matricielles et les pics

« haute amplitude » détectés dans les composites verre/époxy et chanvre/époxy à des phénomènes d'endommagement des fils de verre ou des fils de chanvre.

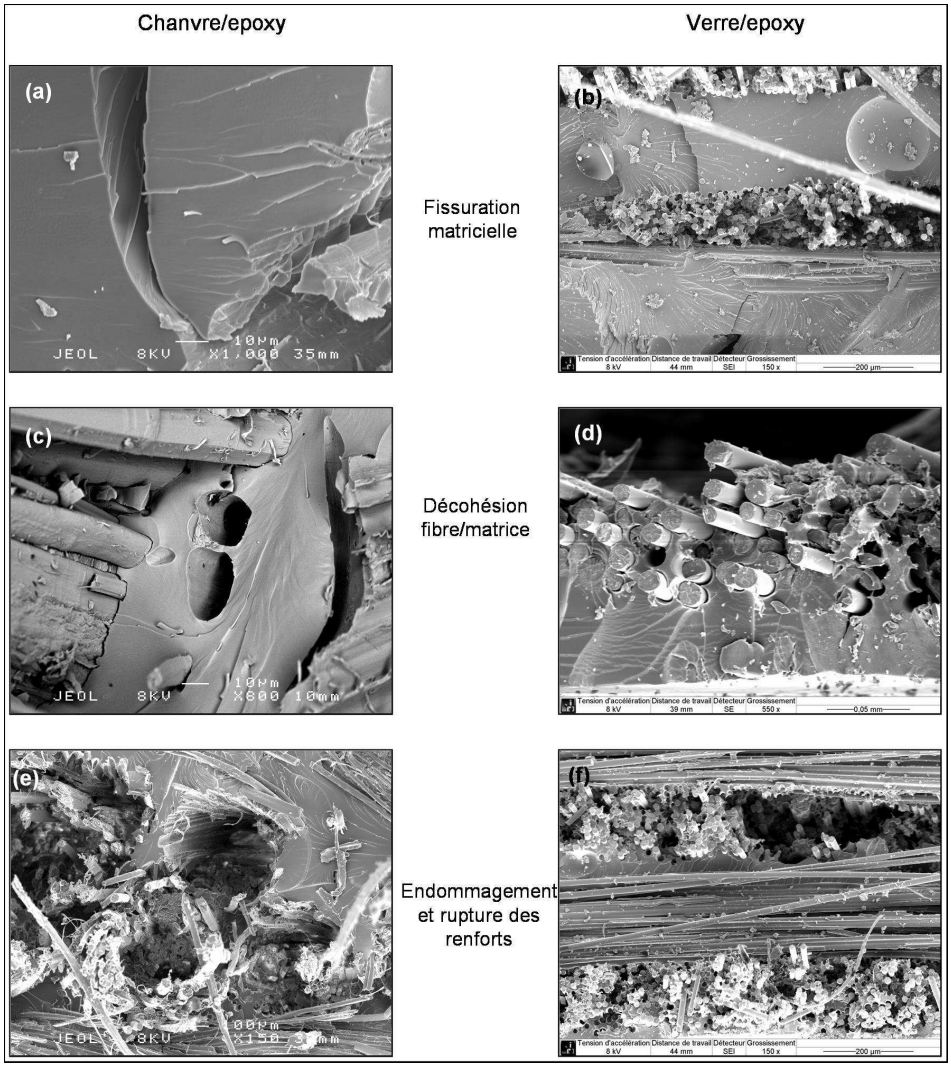


Figure 3.47: Observations au microscope électronique à balayage de faciès de rupture dans les composites chanvre/époxy et verre/époxy : Fissuration matricielle (a,b), décohésion interfaciale (c,d), rupture des renforts (e,f).

Le troisième type de mécanisme d'endommagement observé sur les faciès de rupture des composites verre/époxy et chanvre/époxy correspond aux décohésions fibre/matrice partielles ou totales (Figure 3.47c,d). Ces mécanismes d'endommagement ont été associés au pic «moyenne amplitude» des composites verre/époxy et chanvre/époxy. En effet, la position en amplitude intermédiaire entre des phénomènes purement matriciels et des phénomènes purement liés au renfort peut être associée au caractère mixte des mécanismes d'endommagements liés à l'interface fibre/matrice.

II.2.1.3 Bilan sur l'identification des amplitudes des mécanismes d'endommagement dans les composites chanvre/époxy et verre/époxy

Les signatures acoustiques de la résine pure et du fil seul ont été détectées dans les signatures acoustiques des composites verre/époxy et chanvre/époxy.

Les différents mécanismes d'endommagement, fissuration matricielle et endommagement des renforts, ont donc été directement associés aux modes correspondants dans la signature acoustique des composites. Dans les deux cas, le mode du pic « amplitude moyenne » a été associé aux phénomènes mixtes liés à l'interface fibre/matrice. Cette approche multi-échelle, basée sur l'identification des signatures acoustiques des matériaux élémentaires constitutifs du composite, a donc permis de caractériser par émission acoustique les mécanismes d'endommagement qui se développent dans des composites tissés verre /époxy et chanvre/époxy. Les différents modes et gammes qui ont été identifiés ainsi que les mécanismes correspondants sont récapitulés dans le Tableau 3.26 pour les composites chanvre/époxy et dans leTableau 3.27 pour les composites verre/époxy.

Matériau	Mode (dB)	Gamme (dB)	Mécanismes d'endommagement associés
Fil de chanvre	69 ± 10	58-79	Endommagement et rupture de fibres
Résine Epoxy	47± 12	35-58	Fissuration de la résine
Composites chanvre/époxy $[0/90]_7$	53 ± 4	50-57	Fissuration matricielle
	59 ± 6	54-65	Décohésion fibre/matrice
	68 ± 5	64-73	Endommagement et rupture des renforts

Tableau 3.26 : Amplitudes des évènements d'émission acoustique et leurs mécanismes d'endommagement associés dans les composites $[0/90]_7$ chanvre/époxy.

Matériau	Mode (dB)	Gamme (dB)	Mécanismes d'endommagement associés
Fil de verre	76 ± 6	70-81	Rupture de fibres
résine Epoxy	47± 12	35-58	Fissuration de la résine
Composites verre/époxy $[0/90]_7$	54 ± 6	49-60	Fissuration matricielle
	63 ± 9	55-72	Décohésion fibre/matrice
	76 ± 3	73-79	Rupture des renforts

Tableau 3.27 : Amplitudes des évènements d'émission acoustique et leurs mécanismes d'endommagement associés dans les composites $[0/90]_7$ verre/époxy.

Cependant, il existe des zones de recouvrement entre les différentes gammes d'amplitude (Tableau 3.26 et Tableau 3.27). Ce type de phénomène avait d'ailleurs également été évoqué dans l'étude bibliographique des méthodes d'analyse des évènements acoustiques réalisée par Huguet et al. [47]. Le Tableau 3.28 présente les gammes précédemment identifiées ainsi que les zones de recouvrement.

Matériau	Mécanismes d'endommagement associés	Gammes identifiées (dB)	Gammes utilisées pour le suivi (dB)	Zones de recouvrement (dB)
Verre/époxy $[0/90]_7$	Fissuration matricielle	49-60	49-54	
				55-60
	Décohésion fibre/matrice	55-72	61-72	
				/
	Rupture des renforts	73-79	73-	
Chanvre/époxy $[0/90]_7$	Fissuration matricielle	50-57	50-53	
				54-57
	Décohésion fibre/matrice	54-65	58-63	
				64-65
	Endommagement et rupture des renforts	64-73	66-	

Tableau 3.28 : Gammes d'amplitude et zones de recouvrement utilisées pour le suivi temporel des évènements acoustiques.

Les zones de recouvrement ont été classées par type de zone, matrice-interface, interface-matrice, interface-fibre ou encore fibre-interface, le premier nom correspondant à la gamme d'amplitude la plus proche et donc au mécanisme d'endommagement associé le plus probable. Avec ce raffinement des gammes d'amplitude des évènements acoustique enregistrés, un suivi temporel affiné a pu être effectué.

II.2.2 Suivi temporel des mécanismes d'endommagement identifiés dans les composites verre/époxy et chanvre/époxy

La Figure 3.48 présente le principe du suivi temporel des mécanismes d'endommagement sur l'exemple de composites $[0/90]_7$ chanvre/époxy. Sur cette figure, les différents types d'évènements sont distingués par différents symboles, ce qui permet de repérer les trois types d'évènements: liés au renfort, à la matrice ou à l'interface. Chaque type de mécanisme d'endommagement des composites a été positionné temporellement grâce aux gammes utilisées pour le suivi excluant les zones de recouvrement et assurant une identification claire du type de mécanismes (Tableau 3.28), les évènements associés apparaissent sur les courbes en symbole vide. Les évènements présents dans les zones de recouvrement apparaissent sur les courbes en symboles pleins.

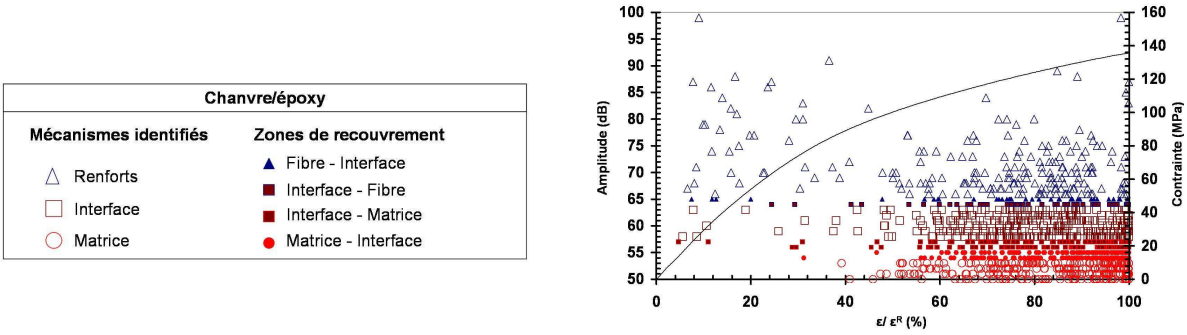


Figure 3.48 : Suivi temporel des mécanismes d'endommagement dans les composites chanvre/époxy $[0/90]_7$ pour un taux volumique de fibres voisin de 40%.

Pour chaque composite, les mécanismes d'endommagement ont été suivis grâce à cette méthode. Les courbes présentant le nombre cumulé d'évènements acoustique par type de mécanismes ont été comparées. Ces courbes ne tiennent pas compte des évènements présents dans les zones de recouvrement. Comme précédemment, le taux de 2% d'évènements acoustique total est choisi pour indiquer le démarrage d'évènements acoustiques caractéristiques de phénomènes physiques survenant au sein du matériau. Ce seuil a été reporté sur les courbes présentant le cumul d'évènements par type de mécanismes identifiés dans les composites $[0/90]_7$ verre/époxy et chanvre/époxy pour différents taux volumiques de fibres (Figure 3.49). Ces résultats sont présentés sur l'exemple de deux éprouvettes par matériau (symboles pleins ou vides) pour permettre d'évaluer la représentativité des résultats.

$v_f \approx 40\%$ $v_f \approx 56\%$

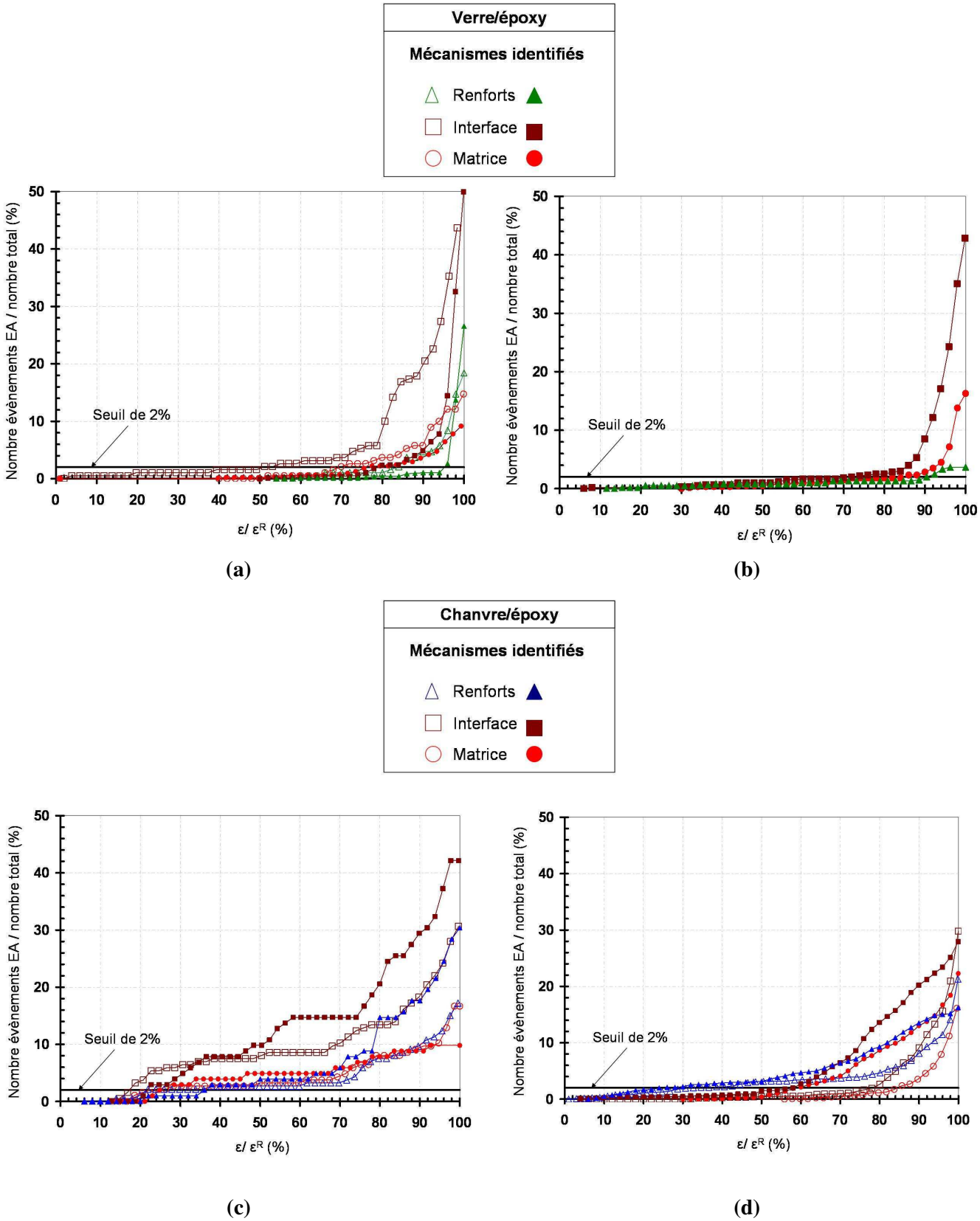


Figure 3.49: Suivi temporel des mécanismes d'endommagement dans les composites $[0/90]_7$ verre/époxy (a,b) et chanvre/époxy (c,d) pour un taux volumique de fibres voisin de 40% ou de 56%.

Dans les composites verre/époxy à taux volumique de fibres voisin de 40%, la Figure 3.49a montre une bonne reproductibilité des courbes pour les deux éprouvettes. Les premiers évènements atteignant le seuil correspondent à des mécanismes interfaciaux et matriciels détectés entre 50 et 80% de la déformation à rupture. Les évènements liés au renfort sont détectés plus tard, entre 84 et 95 % de la déformation à rupture. Dans les deux éprouvettes, les phénomènes interfaciaux sont les plus nombreux, et ceux liés à la résine les moins nombreux. Une seule éprouvette a été testée dans le cas des composites verre/époxy à fort taux volumique de fibres (vf ≈ 56%), la séquence d'apparition des mécanismes d'endommagement est similaire à celle détectée sur les composites à plus faible taux volumique de fibres. Le seuil de 2% est atteint par les phénomènes interfaciaux et matriciels autour de 72% de la déformation à rupture, puis par les phénomènes liés au renfort (vers 90% de la déformation à rupture). La Figure 3.50 présente la comparaison des évolutions du nombre cumulé d'èvènements acoustiques dans les composites verre/époxy $[0/90]_7$ pour les deux taux volumiques de fibres.

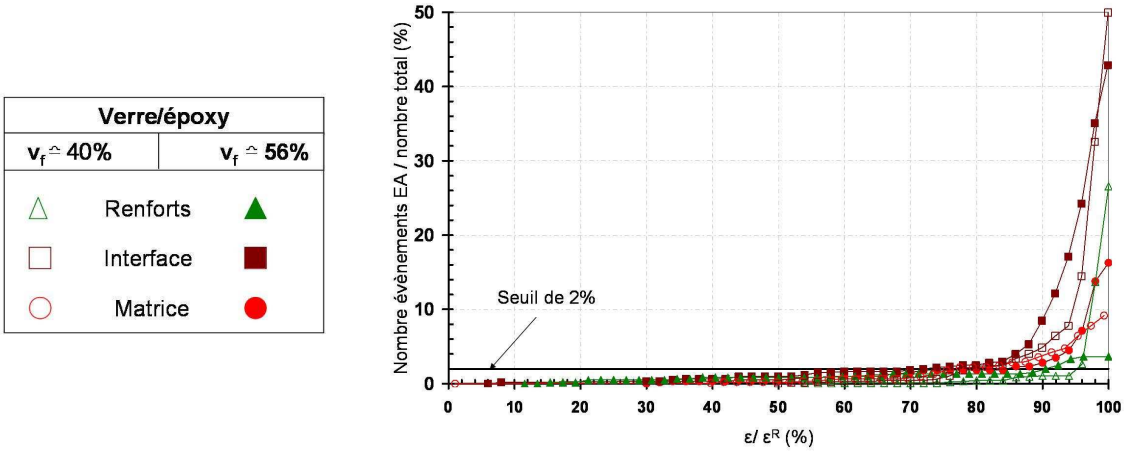


Figure 3.50: Evolution du nombre cumulé par type de mécanismes d'endommagement dans les composites $[0/90]_7$ verre/époxy pour deux taux volumiques de fibres.

Pour les deux taux volumiques de fibres étudiés, dans les composites verre/époxy $[0/90]_7$, ce sont les évènements acoustiques liés à l'interface qui sont les plus nombreux et qui représentent à rupture environ 50% du nombre total d'évènements enregistrés. Les phénomènes liés à la matrice représentent 16% du nombre total d'èvènements enregistrés. Dans les composites à fort taux volumique de fibres, les évènements liés au renfort sont très peu nombreux (4%) comparés à ceux enregistrés dans les composites à taux volumique de fibres voisins de 40% (22%). Cela peut peut-être s'expliquer par le fait que cet essai a été réalisé sur composites infusés et non moulés sous pression comme pour les autres matériaux. Les pourcentages restants correspondent aux évènements dans les zones de recouvrement. Ces résultats prouvent, une fois de plus, l'importance de l'interface fibre/matrice, qui représente le plus grand nombre d'évènements acsoutiques enregistrés.

La Figure 3.51 présente la comparaison des évolutions du nombre cumulé d'évènements acoustiques dans les composites chanvre/époxy $[0/90]_7$ pour les deux taux volumiques de fibres.

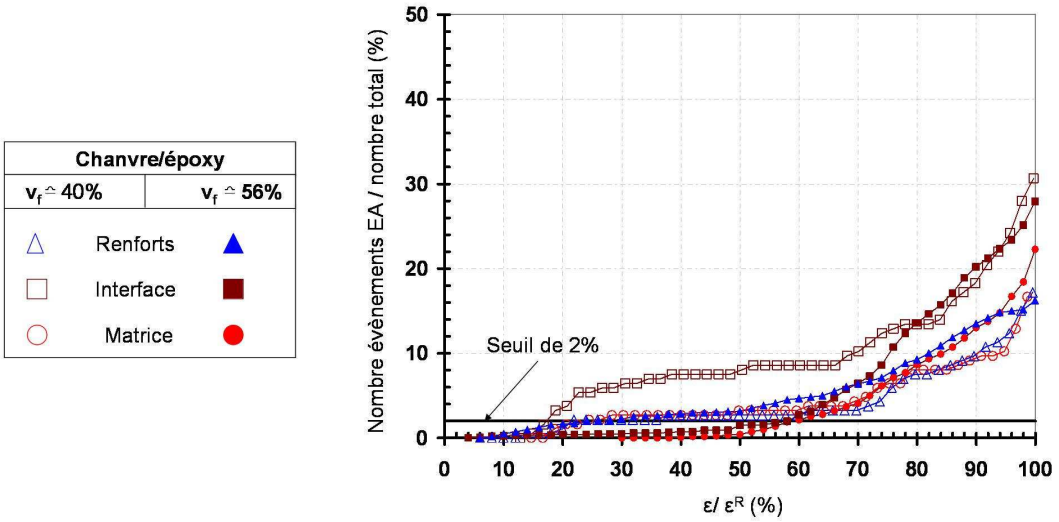


Figure 3.51: Evolution du nombre cumulé par type de mécanismes d'endommagement dans les composites chanvre/époxy pour différents taux volumique de fibres.

Dans les composites chanvre/époxy, comme pour les composites verre/époxy, ce sont toujours les phénomènes interfaciaux qui sont les plus nombreux (Figure 3.51) : ils atteignent 36 % dans les composites à taux volumique de fibres voisin de 40% et 30% du nombre total d'èvènements enregistrés dans les composites à taux volumique de fibre voisin de 56%. Pour les phénomènes liés à la matrice ou au renfort, les proportions obtenues à rupture sont voisines, avec environ 15% dans les composites à taux volumique de fibres voisins de 40% et 20% du nombre total d'èvènements enregistrés dans les composites à taux volumique de fibres voisins de 56% (Figure 3.51).

La Figure 3.52 présente la comparaison des évolutions du nombre cumulé d'èvènements acoustiques dans les composites $[0/90]_7$ chanvre/époxy et verre/époxy pour les faibles taux volumiques de fibres.

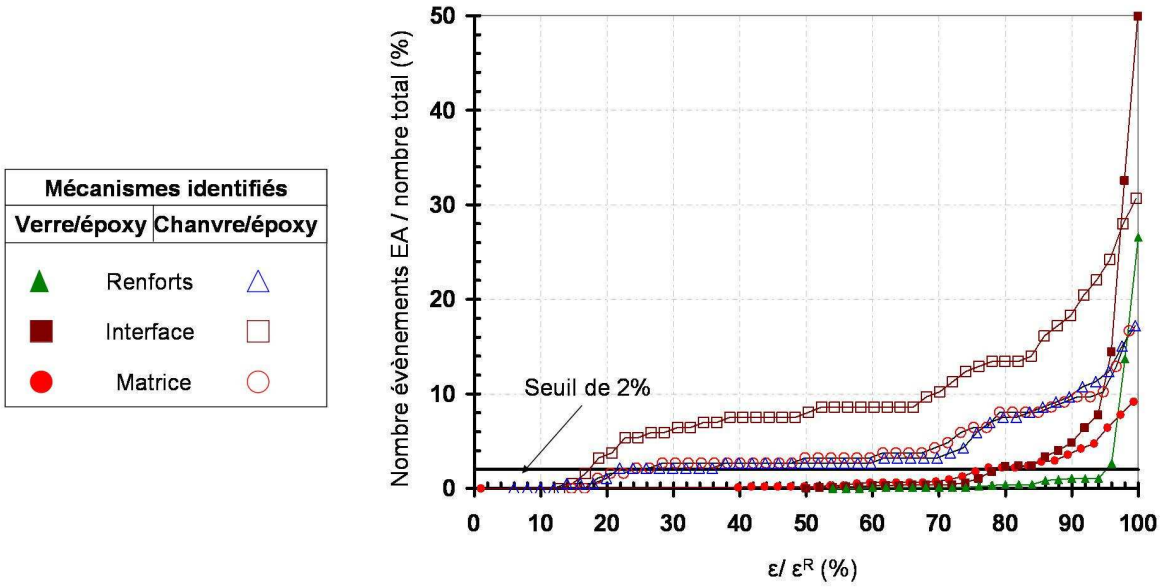


Figure 3.52: Evolution du nombre cumulé par type de mécanismes d'endommagement dans les composites $[0/90]_7$ verre/époxy et chanvre/époxy à taux volumique de fibres voisin de 40 %.

La comparaison des composites chanvre/époxy et verre/époxy à taux volumique de fibres voisins de 40% montre que dans les composites chanvre/époxy, les trois types d'endommagements débutent beaucoup plus tôt que dans les composites verre/époxy. En effet, dans les composites chanvre/époxy, les phénomènes liés au renfort dépassent le seuil de 2% entre 22 et 36% de la déformation à rupture contre 84 à 95% de la déformation à rupture dans les composites verre/époxy. Cette constatation peut être directement reliée aux différences microstructurales des fils de verre et de chanvre. De la même façon, les phénomènes liés à l'interface dépassent le seuil de 2 % dans les composites chanvre/époxy entre 17 et 21% de la déformation à rupture contre 50 à 80% de la déformation à rupture pour les composites verre/époxy. Ces résultats sont cohérents avec l'étude précédente qui montrait un endommagement global plus précoce dans les composites chanvre/époxy. Par ailleurs, les phénomènes interfaciaux sont plus nombreux dans les composites chanvre/époxy jusqu'à 97% de la déformation à rupture. Ce résultat met en évidence la plus faible interface dans les composites à fibres naturelles liée notamment aux problèmes de compatibilité entre la matrice hydrophobe et la fibre hydrophile. La phase d'accélération de la courbe d'évolution du nombre cumulé d'évènements survient très tard dans les composites verre/époxy, autour de 95% pour les phénomènes interfaciaux ou liés au renfort. Grâce à la bonne compatibilité fibre/matrice dans ces matériaux, les ruptures de fibres sont donc repoussées vers les forts pourcentages de la déformation à rupture.

La Figure 3.53 présente la comparaison des évolutions du nombre cumulé d'èvènements acoustiques dans les composites $[0/90]_7$ chanvre/époxy et verre/époxy pour un taux volumique de fibres voisin de 56%. Pour ces composites, nous avons comparé les mécanismes d'endommagement identifiés par émission acoustique avec le paramètre d'endommagement d témoin de la perte de rigidité.

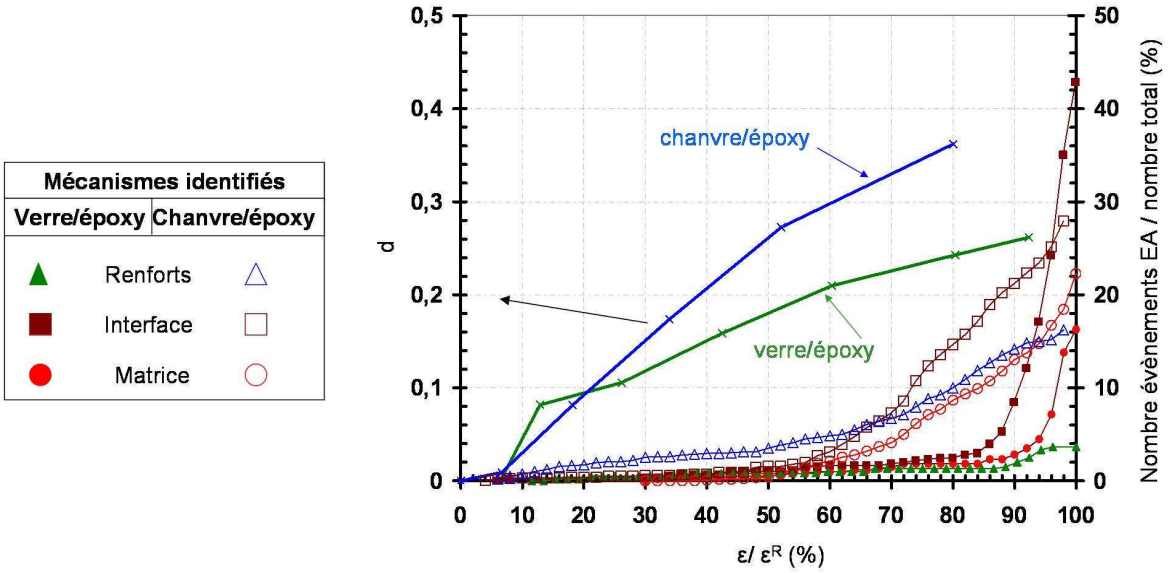


Figure 3.53: Evolution du nombre cumulé par type de mécanismes d'endommagement dans les composites $[0/90]_7$ verre/époxy et chanvre/époxy à taux volumique de fibres voisin de 56 %

Tout d'abord, les résultats confirment les constatations précédentes : dans les composites chanvre/époxy à fort taux volumiques de fibres, les phénomènes liés au renfort dépassent le seuil de 2% bien plus tôt (autour de 30% de la déformation à rupture contre 90% de la déformation à rupture pour les composites verre/époxy) et sont beaucoup plus nombreux. De même, les phénomènes interfaciaux sont bien plus nombreux dans les composites chanvre/époxy jusqu'à 95% de la déformation à rupture comme précédemment constaté pour les plus faibles taux volumiques de fibres. Par ailleurs, ces résultats semblent indiquer que dans les composites verre/époxy, la perte de rigidité de 26% est gouvernée principalement par des décohésions fibre/matrice et des fissurations matricielles alors que dans les composites chanvre/époxy, elle semble être gouvernée par les phénomènes liés au renfort et à l'interface. De plus, la Figure 3.53 montre à nouveau que l'évolution du paramètre d'endommagement d est complètement différente de celle des évènements d'émission acoustique. Aucun lien direct entre ces deux indicateurs d'endommagement ne semble possible même à l'échelle des différents mécanismes.

Le suivi temporel des mécanismes d'endommagement dans les composites verre/époxy et chanvre/époxy $[0/90]_7$ a permis de mettre en évidence des scénarios d'endommagement différents. Les décohésions interfaciales surviennent beaucoup plus tôt et sont plus nombreuses dans les composites chanvre/époxy à cause d'une faible interface fibre/matrice par rapport aux composites verre/époxy. Par ailleurs, la superposition de la courbe d'évolution de paramètre d'endommagement d et du nombre cumulé d'èvènements acoustiques semble indiquer que la perte de rigidité n'est pas gouvernée par les mêmes mécanismes d'endommagements.

Bilan sur le comportement mécanique et les mécanismes d'endommagement

Une étude multi-échelle des propriétés mécaniques a tout d'abord été réalisée : depuis la fibre jusqu'au composite. Des analyses statistiques ont permis d'évaluer les propriétés mécaniques des faisceaux de fibres de chanvre et de quantifier leurs variabilités. Les résultats de ce travail ont permis, en première approche, de recommander une alimentation hydrique limitante des fibres de chanvre utilisées en tant que renfort dans les matériaux composites. Un modèle analytique prenant en compte la variablité des fibres naturelles a été proposé en se basant sur les analyses statistiques précédemment effectuées. Ce modèle a permis d'obtenir une estimation des caractéristiques mécaniques des composites en partant des propriétés des constituants élémentaires de la fibre : la cellulose, la lignine et l'hémicellulose. L'étude des caractéristiques mécaniques des composites chanvre/époxy et verre/époxy $[0/90]_7$ a montré que pour un même taux massique de fibres, inférieur à 40%, les modules

d'Young des composites chanvre/époxy entrent en concurrence avec les composites verre/époxy. Mais les résultats obtenus montrent également que l'utilisation de composites chanvre/époxy à plus fort taux volumiques de fibres implique une initiation plus rapide de l'endommagement et une perte de rigidité sous sollicitation plus importante. Une progression plus rapide de l'endommagement a été constatée dans les composites chanvre/époxy $[0/90]_7$ et $[-45/+45]_7$ que dans leurs équivalents en composites verre/époxy pour un même taux volumique de fibres. Une analyse multi-échelle des distributions d'amplitude des évènements acoustiques a également été réalisée et a permis de mener une identification et un suivi temporel du développement des endommagements dans les composites verre/époxy et chanvre/époxy pour différents taux volumiques de fibres. Ces résultats constituent une base solide pour la compréhension du comportement de ces composites tissés. Trois modes d'endommagement principaux ont été isolés par leurs amplitudes caractéristiques : les phénomènes matriciels, les phénomènes interfaciaux, et les phénomènes liés au renfort. Les différences microstructurales des fils de verre et des fils de chanvre semblent se répercuter sur la courbe d'évolution du nombre cumulé des phénomènes liés au renfort, avec des phénomènes beaucoup plus précoces dans les composites chanvre/époxy $[0/90]_7$ que dans les composites verre/époxy. Il serait donc intéressant d'étudier l'évolution du nombre cumulé d'évènements liés au renfort dans le cas d'un arrangement rectiligne des fibres dans le fil naturel et non d'une architecture hélicoïdale. Et surtout, les résultats obtenus montrent que le mécanisme prépondérant d'endommagement enregistré correspond aux décohésions interfaciales dans les deux types de composites : chanvre/époxy et verre/époxy. Ces décohésions interfaciales sont encore plus nombreuses dans les composites chanvre/époxy que dans les composites verre/époxy. Il est donc primordial d'optimiser l'interface fibre/matrice dans ces composites.

PARTIE 4 : OPTIMISATION DE L'INTERFACE FIBRE/MATRICE DES COMPOSITES CHANVRE/EPOXY

Chapitre I. Evaluation des propriétés interfaciales des composites - 185 -

I.1. Observation de l'interface fibre/matrice et analyse du comportement en fragmentation .. - 185 -

I.2. Détermination des paramètres à rupture de l'interface ..... - 191 -

I.3. Simulation numérique du processus de fragmentation ..... - 194 -

I.3.1 Hypothèses et mise en place de la simulation numérique. ..... - 194 -

I.3.2 Comparaison avec les résultats expérimentaux ..... - 198 -

I.4. Caractérisation de la liaison fil imprégné/matrice ..... - 207 -

I.4.1 Protocole de l'étude ..... - 207 -

I.4.2 Etude du champ de déformations ..... - 209 -

I.4.3 Simulation numérique de l'essai de traction avec fil orienté à 90° ..... - 216 -

I.5. Bilan sur la caractérisation de l'interface fibre/matrice ..... - 219 -

Chapitre II. Optimisation de l'interface fibre/matrice des composites - 221 -

II.1. Influence des traitements thermiques du renfort sur le comportement mécanique des composites. ..... - 221 -

II.2. Influence des traitements chimiques du renfort sur le comportement mécanique des composites ..... - 224 -

II.2.1 Comportement mécanique ..... - 225 -

II.2.2 Analyse du développement des endommagements. ..... - 228 -

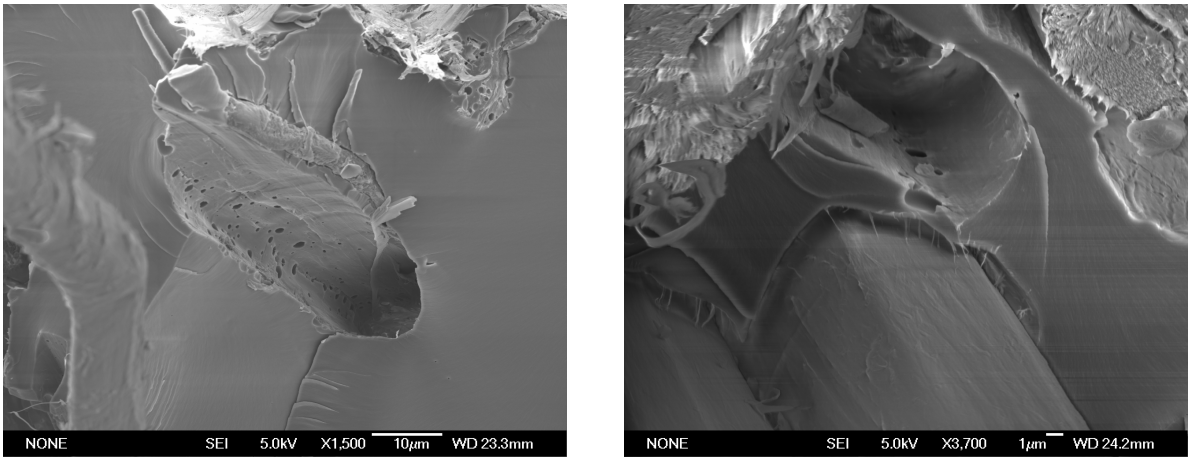
II.2.3 Analyse de l'interface fil/matrice ..... - 230 -

Chapitre I. Evaluation des propriétés interfaciales des composites

Le but de ce chapitre est de proposer une évaluation des caractéristiques interfaciales des composites chanvre/époxy et de caractériser la liaison entre un fil imprégné et la matrice époxy dans des composites monofilamentaires chanvre/époxy. Pour cela, deux types d'essais mécaniques sollicitant l'interface ont été développés et associés à des simulations numériques.

I.1. Observation de l'interface fibre/matrice et analyse du comportement en fragmentation

Des observations microstructurales de l'interface fibre/matrice ont été réalisées sur des faciès de rupture de composites chanvre/époxy.



(a) **(b)**

Figure 4.1: Observations microstructurales (FEG) de l'interface fibre/matrice dans les composites chanvre/époxy $[0/90]_7$ de type C21.

Dans l'empreinte de fibres arrachées, de nombreuses cavités ont été observées (Figure 4.1a). Ces cavités sont probablement les signes de bulles d'air emprisonnées entre la fibre et la résine époxy lors

de la phase de fabrication. Elles mettent en évidence les problèmes liés à la compatibilité entre la surface hydrophile des fibres naturelles et la matrice polymère hydrophobe.

La Figure 4.1b présente une observation de la base d'une fibre qui met en évidence la présence de fibrilles de résine polymère à l'interface fibre/matrice. Ces fibrilles attestent d'un ancrage mécanique de la fibre. Ces observations montrent la complexité de l'accrochage fibre/matrice à l'interface dans le cas des fibres naturelles.

Pour pouvoir quantifier la qualité de cette interface et comprendre comment s'articule le transfert de charge à l'interface dans les composites chanvre/époxy, des essais de fragmentation transposés à une échelle différente ont été mis en place. Pour cela, des plaques spécifiques ont été élaborées par l'entreprise Valagro (Figure 2.39), permettant de découper des éprouvettes monofilamentaires constituées d'un fil unique de chanvre noyé dans de la résine époxy et parallèle à la direction longitudinale de l'éprouvette (Figure 2.11). Ces échantillons nous ont permis de réaliser des essais de fragmentation qui consistent à appliquer un effort de traction sur ces éprouvettes monofilamentaires. Au cours de cette sollicitation, le fil subit des ruptures successives appelées fragmentations à chaque fois que, localement, sa déformation à rupture en traction est atteinte. La fragmentation se poursuit jusqu'à ce que les fragments atteignent une longueur critique l_c ne permettant plus au transfert de charge par cisaillement de générer des contraintes de traction suffisamment importantes pour provoquer des ruptures supplémentaires du fil. Cet état correspond à l'état de saturation. La majorité des éprouvettes de fragmentation ont été instrumentées par photoélasticimétrie pour suivre l'évolution du champ de contraintes au sein de l'éprouvette et détecter en temps réel les fragmentations. La Figure 4.2 présente, par exemple, la détection des fragmentations du fil sur une des éprouvettes testées.

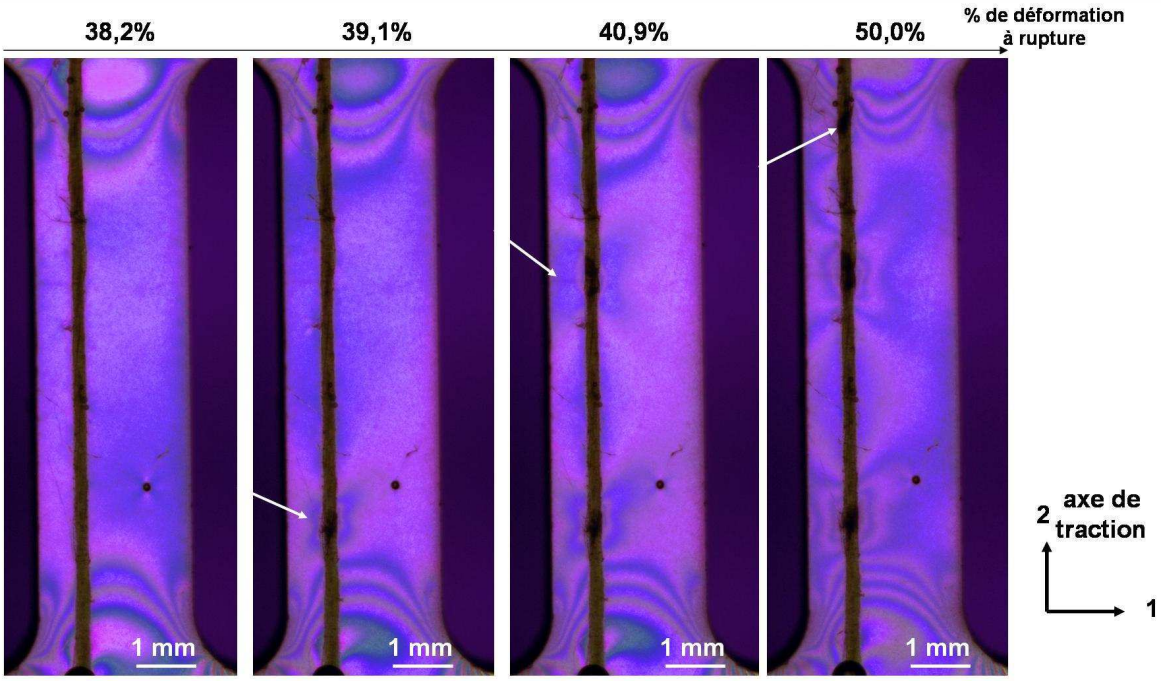


Figure 4.2: Visualisation des lignes isochromes après traitement d'images lors du processus de fragmentation d'une éprouvette monofilamentaire chanvre/époxy.

Les différentes ruptures du fil survenant au cours de l'essai ont été positionnées spatialement et temporellement grâce à l'instrumentation par photoélasticimétrie couplée à l'enregistrement de l'essai par une caméra haute résolution. En effet, la photoélasticimétrie nous donne les isochromes qui correspondent aux lignes d'égale différence des contraintes principales. Lors de l'apparition d'une fragmentation, le profil des isochromes est modifié, ce qui permet la détection des ruptures du fil. Pour cette éprouvette, les trois premières ruptures ont été détectées successivement à 39,1%, 40,9% et 50% de la déformation à rupture (repérées par les flèches sur la Figure 4.2). Autour de chaque fragmentation, les isochromes prennent une forme elliptique, comme le montre la Figure 4.3.

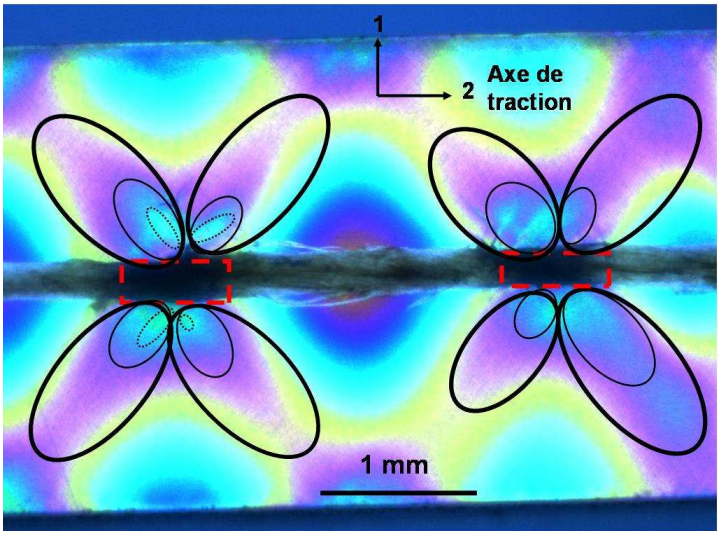
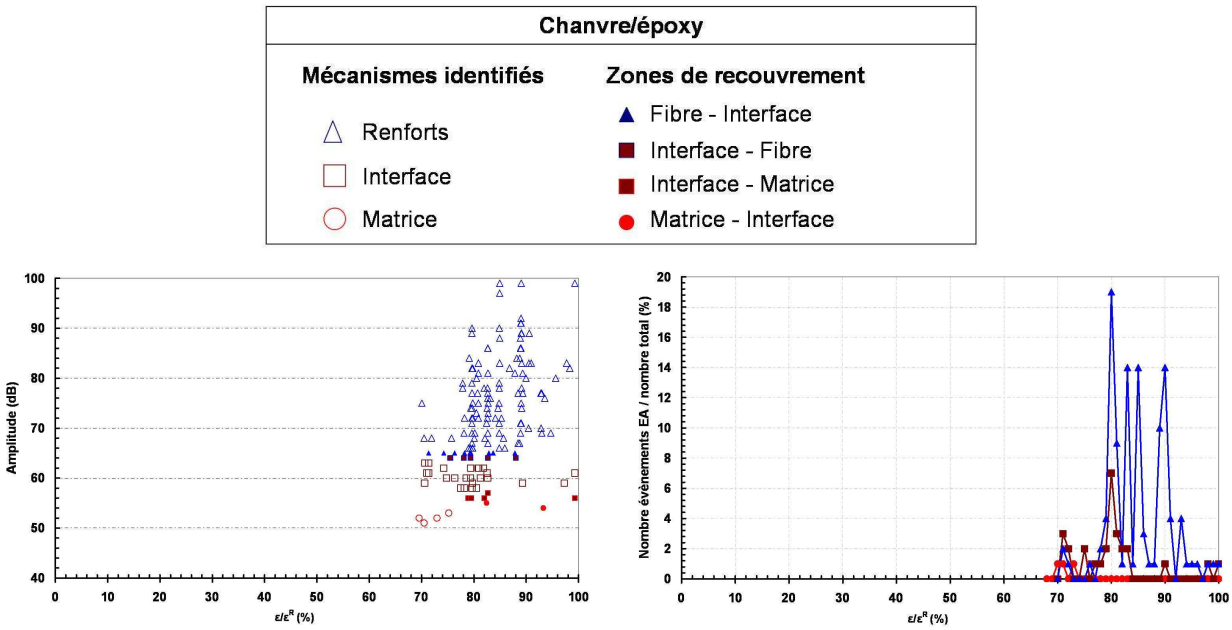


Figure 4.3: Visualisation des isochromes proches d'une fragmentation dans une éprouvette monofilamentaire chanvre/époxy.

Cette visualisation est obtenue en fin d'essai ; les lignes isochromes propres au transfert de charge dans la matrice se sont développées autour des fragmentations et on distingue plusieurs ordres de franges. L'évolution et l'apparition d'ordres de frange supérieurs au cours de la traction indiqueraient plutôt l'absence de décohésion fil/matrice. La redistribution des contraintes dans la matrice est matérialisée par quatre ellipses identiques représentées en traits pleins ou pointillés. La zone induite par les ruptures de fibres se situe à 45° par rapport à la direction du fil comme l'avaient constaté Wang et al. [121] sur des éprouvettes monofilamentaires carbone/époxy.

La technique d'émission acoustique a également été mise en place sur une autre éprouvette monofilamentaire. La Figure 4.4 présente l'acquisition des évènements acoustiques lors d'un essai de fragmentation sur une éprouvette double congés. Durant l'essai, quatre ruptures du fil sont survenues.



(a) (b)

Figure 4.4: Essai de fragmentation sur une éprouvette chanvre/époxy monofilamentaire (doubles congés). (a) Amplitude des évènements acoustiques et (b) pourcentage du nombre total d'évènements acoustiques enregistrés par mécanisme d'endommagement en fonction du pourcentage de déformation à rupture.

Les gammes d'amplitude préalablement identifiées ont été utilisées pour proposer une interprétation du développement des endommagements lors de la fragmentation au sein de cette éprouvette monofilamentaire. La Figure 4.4a montre que la majorité des évènements détectés est liée aux renforts. Quelques phénomènes liés à la résine sont également détectés. Le faible nombre de ces phénomènes conforte l'hypothèse de l'absence de fissuration matricielle. Les phénomènes interfaciaux sont détectés en majorité entre 70% et 84% de la déformation à rupture. Sur la Figure 4.4b, quatre pics distincts sont enregistrés et peuvent être attribués aux phénomènes liés au renfort. Pour chacun de ces quatre pics, 14 % à 19% de l'activité acoustique totale est enregistrée. Ces quatre pics pourraient correspondre aux quatre fragmentations du fil observées dans cette éprouvette, cependant, le placement des capteurs d'émission acoustique sur l'éprouvette ne permet pas l'utilisation simultannée de la technique de photoélasticimétrie pour la détection spatiale et temporelle des fragmentations. Il est donc imposssible de s'assurer de la correspondance de ces pics avec les fragmentations observées. Dans cette étude, la technique de photoélasticimétrie a donc été privilégiée pour permettre un positionnement spatial et temporel des fragmentations.

Par ailleurs, un autre phénomène a été constaté : l'influence importante de la géométrie de l'éprouvette. En effet, la Figure 4.5 présente les nombres de fragments obtenus en fonction de la déformation à rupture des éprouvettes pour des géométries doubles congés et haltère.

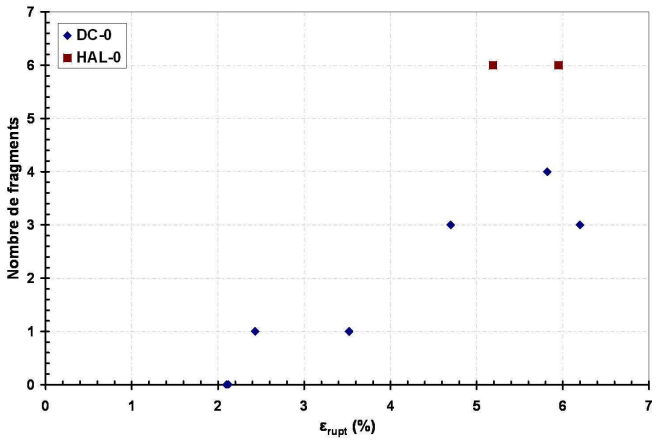


Figure 4.5: Evolution du nombre de fragments en fonction de la déformation à rupture d'éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy lors d'essais de fragmentation sur échantillons doubles congés (DC) ou haltère (HAL).

Au sein d'un même type d'éprouvette, la Figure 4.5 montre que plus la déformation à rupture de l'éprouvette est grande, plus le développement des fragmentations est facilité. En effet, en l'absence de rupture prématurée de l'éprouvette liée à des défauts préexistants, la fragmentation se poursuit jusqu'à l'état de saturation. Une fois atteint, le transfert de charge par cisaillement ne génère plus de contraintes de traction suffisamment importantes pour provoquer des fragmentations du fil, les fragments ont atteint la longueur critique l_c. Cet état de saturation est nécessaire pour le calcul de la contrainte critique de cisaillement interfacial.

De plus, la Figure 4.5 indique un plus grand nombre de fragmentations dans les éprouvettes de type haltère par rapport aux éprouvettes de type doubles congés pour une même valeur de la déformation à rupture. Cependant, dans les éprouvettes haltères, certaines fragmentations surviennent en dehors de la longueur utile de l'éprouvette (proche des rayons de courbure) comme le montre la Figure 4.6.

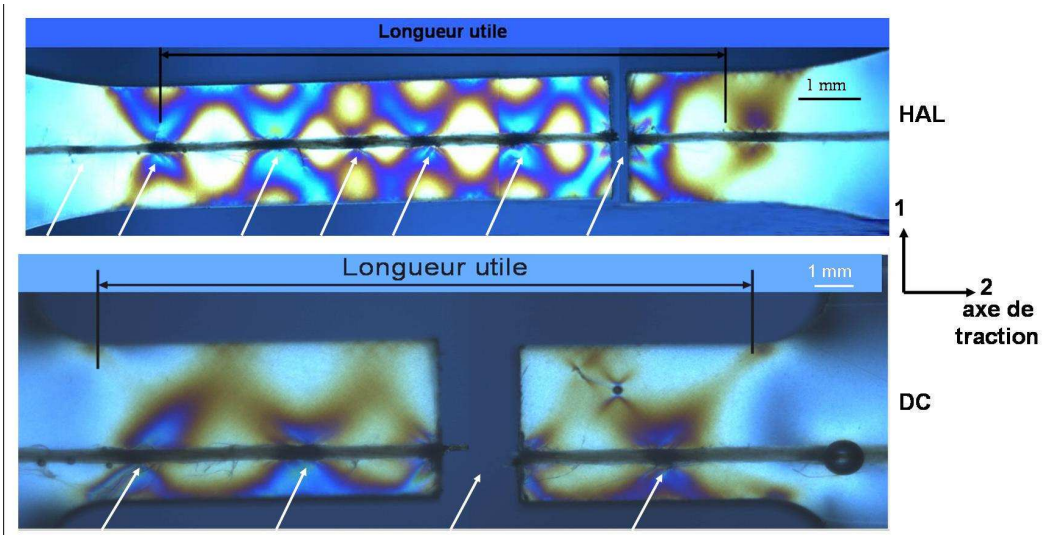


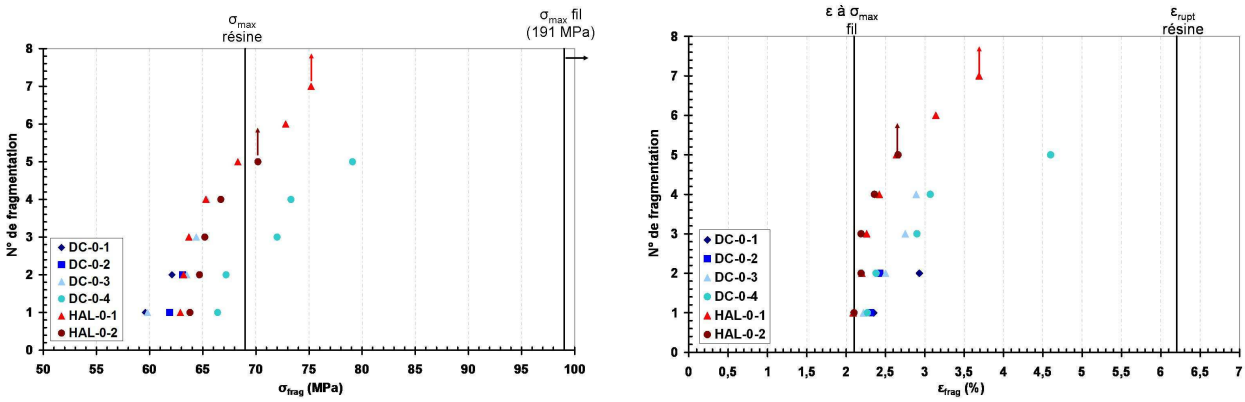
Figure 4.6: Dépendance du nombre de fragments (images obtenues par photoélasticimétrie) sur éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy de géométrie haltère (HAL) ou doubles congés (DC).

Le Tableau 4.1 présente les grandeurs caractérisant les essais mécaniques réalisés sur les éprouvettes de type doubles congés et haltère. La méthode de mesure de déformation par suivi de marqueurs naturels à la surface de l'échantillon conduit à une précision de 0,4 %.

Eprouvettes	σ_{max} (MPa)	ε^{rupt} (%)	Fragments
DC-0-1	62,8	3,52	1
DC-0-2	63,5	2,43	1
DC-0-3	71,2	6,2	3
DC-0-4	79,3	5,82	4
DC-0-5	73	non mesuré	3
DC-0-6	64,8	non mesuré	3
DC-0-7	62,9	2,1	aucun
DC-0-8	61,2	2,12	aucun
DC-0-7	69,7	4,7	3
HAL-0-1	76,5	5,95	6
HAL-0-2	77,1	5,19	6

Tableau 4.1. Caractéristiques mécaniques des éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy.

Les contraintes maximales atteintes sont comprises entre 60 MPa et 80 MPa selon l'éprouvette testée. Les déformations à rupture des éprouvettes comportant le plus grand nombre de fragments, DC-0-3, DC-0-4, HAL-0-1 et HAL-0-2 atteignent des déformations à rupture proches de celle de la résine seule qui est de 6,2 ± 1,6 % (Tableau 2.7). La Figure 4.7 présente pour chacune des éprouvettes testées, la contrainte σ_{frag} (a) et la déformation ε_{frag} (b) auxquelles survient chaque fragmentation. Dans le cas des éprouvettes haltères, les dernières ruptures du fil en dehors de la zone utile n'ont pas pu être positionnées car elles n'ont pas été enregistrées par la caméra. Les valeurs des déformations et des contraintes à rupture mesurées précédemment sur le fil seul (Tableau 3.8) et la résine seule (Tableau 2.7) ont été ajoutées sur la Figure 4.7.



(a) **(b)**

Figure 4.7: Contrainte (a) et déformation (b) atteintes à chaque fragmentation du fil lors de l'essai de fragmentation sur éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy.

On constate que les valeurs des contraintes et des déformations lors des fragmentations sont assez homogènes même pour des éprouvettes de géométries différentes. Aucun fragment n'est détecté pour une valeur de la déformation à rupture inférieure à 2,12 % qui correspond à la déformation à rupture du fil de chanvre seul (Tableau 3.8). L'éprouvette DC-0-4 se distingue des autres avec une fragmentation finale correspondant à une déformation à rupture assez élevée (4,60 ± 0,43%). Les seconde et troisième fragmentations surviennent pour des pourcentages de déformation inférieurs à 3% dans les deux géométries d'éprouvettes. Il faut attendre la cinquième fragmentation pour les éprouvettes doubles congés et la septième fragmentation pour les éprouvettes haltère pour dépasser 3,5% de déformation. La Figure 4.7b montre que la cinétique de fragmentation dans les éprouvettes haltères est plus rapide que dans les éprouvettes doubles congés. D'autre part, la Figure 4.7a montre que les contraintes auxquelles surviennent les fragmentations sont très éloignées de la contrainte maximale atteinte par le fil seul (191 ± 38 MPa, Tableau 3.8). Ces résultats confirment bien que le critère de fragmentation est un critère en déformation comme l'avaient suggéré Hayes et al. [122] dans leurs travaux et non en contrainte comme l'utilisent de nombreux travaux lors de simulations numériques [109,118,120-121].

Grâce à l'ensemble de ces résultats, une première analyse du processus de fragmentation dans les éprouvettes chanvre/époxy a été menée. La technique de photoélasticimétrie a permis de positionner spatialement et temporellement les fragmentations. Ces résultats ont confirmé que le critère de fragmentation du fil est un critère en déformation. Pour compléter cette étude, la qualité de l'interface fibre/matrice dans les composites chanvre/époxy a été quantifiée par le calcul de la contrainte critique de cisaillement interfacial.

I.2. Détermination des paramètres à rupture de l'interface

L'un des paramètres les plus fréquemment utilisés pour caractériser la qualité de l'interface est la contrainte critique de cisaillement interfacial notée IFSS. Lorque l'on utilise une approche en contrainte, cette grandeur est calculée grâce à l'équation (51) formulée par Kelly-Tyson [99].

$$IFSS = \frac{\phi \sigma_f(l_c)}{2l_c} \qquad (51)$$

Avec l_c : longueur critique des fragments
$\emptyset$: diamètre du fil
$\sigma_f(l_c)$: contrainte à rupture d'une fibre de longueur l_c

Cette formulation nécessite le calcul de la longueur critique de fragmentation l_c et de la contrainte maximale $\sigma_f(l_c)$ atteinte par une fibre de longueur équivalente à la longueur critique.

Pour les différentes éprouvettes testées, chaque longueur de fragments a été mesurée à l'aide d'un microscope optique (Figure 4.8).

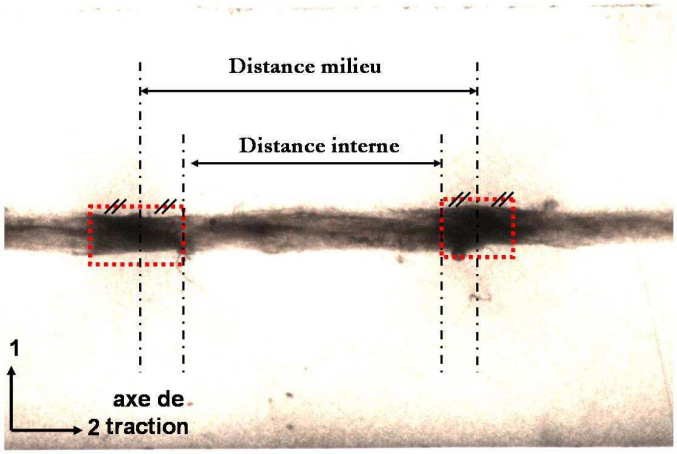


Figure 4.8: Mesure de la longueur des fragments au microscope optique sur une éprouvette monofilamentaire chanvre/époxy.

Les différentes longueurs des fragments ont été déterminées en moyennant la distance milieu et la distance interne explicitées sur la Figure 4.8. La précision de la méthode de mesure sur les longueurs de fragments est de 0,20 mm. Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau 4.2.

Eprouvettes	L frag (mm)					
DC-0-1	3,82					
DC-0-2	2,82					
DC-0-3	2,35		2,30		1,76	
DC-0-4	2,03	1,85	1,67		2,15	
DC-0-5	2,68		2,83		2,36	
DC-0-6	2,7		1,8		2,38	
DC-0-7	2,26		2,00		2,26	
HAL-0-1	1,73	2,59	1,63	1,45	2,09	2,08
HAL-0-2	2,25	2,23	2,60	2,56	1,15	1,34

Tableau 4.2. Longueurs de fragments mesurées au microscope optique sur des éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy de type doubles congés et haltère.

Pour déterminer correctement la contrainte critique de cisaillement interfacial, la première étape consiste à évaluer la longueur critique des fragments dans le cas des éprouvettes chanvre/époxy testées. Afin de s'assurer que le fort état de triaxialité induit dans les éprouvettes doubles congés au niveau des rayons de courbure n'engendre pas un résultat faussé, les mesures ont également été réalisées sur les éprouvettes de type haltère. En définissant une longueur moyenne $\bar{l}$ sur l'ensemble des fragments et en s'appuyant sur une distribution symétrique [101], le rapport de la longueur critique sur le diamètre est défini par l'équation (52):

$$l_c / \phi = \frac{4}{3}\left(\frac{\bar{l}}{\phi}\right)_{sat} \qquad (52)$$

La longueur moyenne $\bar{l}$ des fragments pour chaque éprouvette testée a été calculée. Pour certaines éprouvettes, l'état de saturation n'a pas été atteint. La Figure 4.9 permet d'identifier, pour chaque géométrie d'éprouvette, la valeur $(\bar{l}/\phi)_{sat}$.

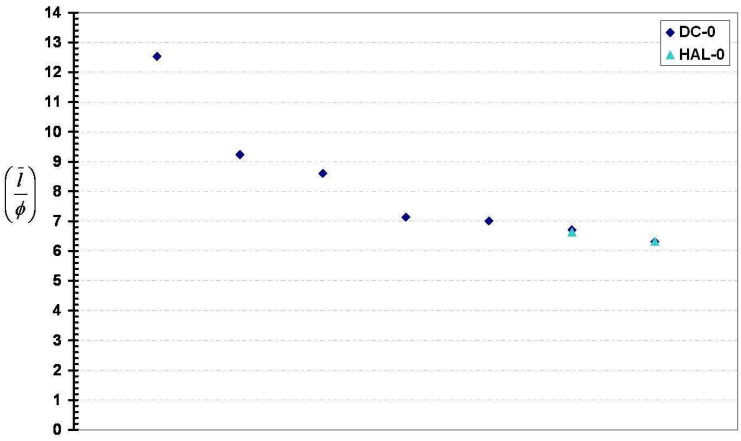


Figure 4.9: Rapport de la longueur moyenne des fragments sur le diamètre du fil pour les différentes éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy testées.

Pour les deux types d'éprouvettes, la valeur à saturation $(\bar{l}/\phi)_{sat}$ est voisine de 6. Ce résultat permet de confirmer que la géométrie de l'éprouvette n'influe pas sur cette valeur à saturation.

Il reste encore à déterminer la contrainte à rupture du fil σ_f à la longueur critique l_c. Cette valeur doit être extrapolée à partir de la contrainte maximale atteinte par le fil pour des longueurs de fil plus grandes. Pour cela, les travaux de El Asloun et al. [104] ont montré qu'il est possible d'extrapoler la valeur de la contrainte critique d'une fibre σ pour des longueurs faibles grâce à l'équation (53) :

$$Ln\,\sigma = -\frac{1}{m}\ln l + \ln\left[\sigma_0 \Gamma\left(1+\frac{1}{m}\right)\right] \qquad (53)$$

Avec m et σ_0, les paramètres de Weibull,
Γ la fonction Gamma,
et l la longueur de fibre testée.

En utilisant cette équation pour des couples (longueurs, contrainte) (l_{fil}, σ_{fil}) connus et (l_c, σ_{lc}) de contrainte σ_{lc} inconnue avec $l_{fil} >> l_c$, il est alors possible d'utiliser l'équation (54) pour extrapoler la contrainte σ_{lc} à la longueur l_c :

$$\sigma_{l_c} = \sigma_{fil} e^{\frac{1}{m}\ln(\frac{l_{fil}}{l_c})} \qquad (54)$$

Les données utilisées ainsi que les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau 4.3.

Eprouvettes	Données d'entrées			Grandeurs calculées	
	$m_{\sigma 0}$	ϕ (µm)	σ_{fil} (MPa)	σ_{lc} (MPa)	IFSS (MPa)
DC	3,078	305 ± 60	191± 38	354,35	21,05
HAL				354,23	21,02

Tableau 4.3. Evaluation des paramètres à rupture de l'interface fibre/matrice dans les composites chanvre/époxy.

Les valeurs trouvées pour la contrainte critique de cisaillement interfacial des deux géométries d'éprouvettes sont très proches. Dans la bibliographie, les différentes valeurs d'IFSS calculées sont présentées dans le Tableau 1.8 et se rapportent à des éprouvettes contenant une fibre unitaire noyée dans la résine époxy. Dans le cas d'une fibre unitaire de lin noyée dans une résine vinylester, la contrainte de cisaillement interfacial est de 24 ± 4 MPa, pour une fibre de chanvre noyée dans une résine polypropylène, la valeur de IFSS est de 15,4 ± 4 MPa. Les mesures expérimentales, effectuées à une échelle différente, sont donc en bonne adéquation avec les valeurs de la bibliographie. Dans le cas d'une fibre de verre noyée dans la résine époxy, les valeurs de IFSS varient de 28 ± 2 MPa à 43 ± 17 MPa. La contrainte critique de cisaillement interfacial déterminée est donc plus faible dans les composites chanvre/époxy monofilamentaire testés que dans les composites verre/époxy. L'interface fibre/matrice dans les composites chanvre/époxy devra donc être optimisée. Il existe de nombreuses limites de l'approche en contrainte formulée par Kelly-Tyson et discutées dans la partie 1, cependant, dans ces travaux, la contrainte critique de cisaillement interfacial permet tout de même de quantifier la liaison fil imprégné/matrice.

Une simulation numérique du processus de fragmentation des éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy a également été réalisée afin de mieux comprendre le comportement de ces éprouvettes.

I.3. Simulation numérique du processus de fragmentation

I.3.1 Hypothèses et mise en place de la simulation numérique.

I.3.1.1 Lois de comportement des matériaux

La simulation numérique du processus de fragmentation a été réalisée en se basant sur les lois de comportement expérimentales de la résine seule et du fil seul et en proposant une modélisation numérique de l'interface.

La première hypothèse de cette simulation consiste à considérer le fil comme un cylindre homogène de diamètre constant possédant un comportement élastique linéaire isotrope jusqu'à rupture. La structure hélicoïdale formée par l'enroulement en spirale des fibres ou encore la non-linéarité de la courbe expérimentale de traction du fil n'ont pas été prises en compte. Deux coefficients élastiques

sont nécessaires à la définition de la loi de comportement du fil : le module d'Young déterminé expérimentalement (10000MPa) et le coefficient de Poisson issu du modèle analytique du fil (0,2).
Pour la loi de comportement de la résine époxy, une loi élasto-plastique correspondant aux courbes expérimentales a été entrée point par point dans la simulation numérique. Le module d'Young de la résine correspond à celui déterminé expérimentalement (3322 MPa) et le coefficient de Poisson est issu des données bibliographiques (0,39).
De nombreux travaux matérialisent la présence d'une interphase ([109,118,120]), qui nécessite la connaissance de la loi de comportement à l'interface fibre/matrice. Dans la littérature, la modélisation d'une interphase est la plupart du temps réalisée dans le cadre d'une modélisation bidimensionnelle [109,118,120-122]. Dans notre cas, le choix d'une modélisation tridimensionnelle, afin de pouvoir reproduire l'état de triaxialité induit par la géométrie complexe de l'éprouvette, a conduit en première approche à modéliser une interface entre la résine et le fil et non une interphase. L'interface a été simulée soit par un contact parfait entre les deux matériaux (chaque nœud du fil étant lié au nœud correspondant de la matrice), soit par une pression normale entre le fil et la résine. Cette pression est exercée sur les groupes de nœud de chaque surface et permet de simuler une interface imparfaite. Cette pression ne survient que lorsque les deux matériaux sont en contact et exclut la pénétration entre les surfaces. De plus, un outil d'ajustement a été utilisé pour corriger les imperfections du contact dues à la géométrie des surfaces et assurer un contact initial complet entre la résine et le fil. L'ajustement est effectué par le déplacement des nœuds de la surface externe du fil jusqu'au contact parfait avec la surface de la résine.

I.3.1.2 Modélisation du phénomène de fragmentation

Dans la bibliographie, de nombreuses propositions de simulation numérique du processsus de fragmentation sont proposées avec des degrés de complexité différents. Ces différentes simulations ont été discutées dans la partie 1. Certains points seront repris dans ce paragraphe pour expliquer nos choix de modélisation. Contrairement à certains travaux ([109,118]), dans cette étude, le positionnement des fragmentations du fil n'est pas postulé a priori. Les fragmentations surviennent là où un critère choisi est dépassé. S'appuyant sur les conclusions de notre démarche expérimentale, le critère choisi est un critère en déformation : la fragmentation sera déclenchée lorsque la déformation à rupture du fil sera atteinte.
Il a été choisi de simuler la fragmentation des fils par une élimination des éléments à cet endroit. Pour cela, le logiciel Abaqus permet de désactiver des éléments du modèle pendant la simulation. Les éléments désactivés perdent leur rigidité et peuvent être considérés comme ayant été éliminés. Ainsi, la rupture du fil est simulée par la désactivation d'une section fine d'éléments ce qui nécessite un maillage raffiné du fil. La fragmentation aura lieu dans un step dédié au cours duquel la rigidité de l'élément désactivé est diminuée de façon linéaire jusqu'à zéro à la fin du step. Un script en langage

« Python » a été développé [145] pour automatiser les différentes étapes de la première fragmentation jusqu'à la rupture complète de l'éprouvette. Le principe schématique est explicité en Figure 4.10.

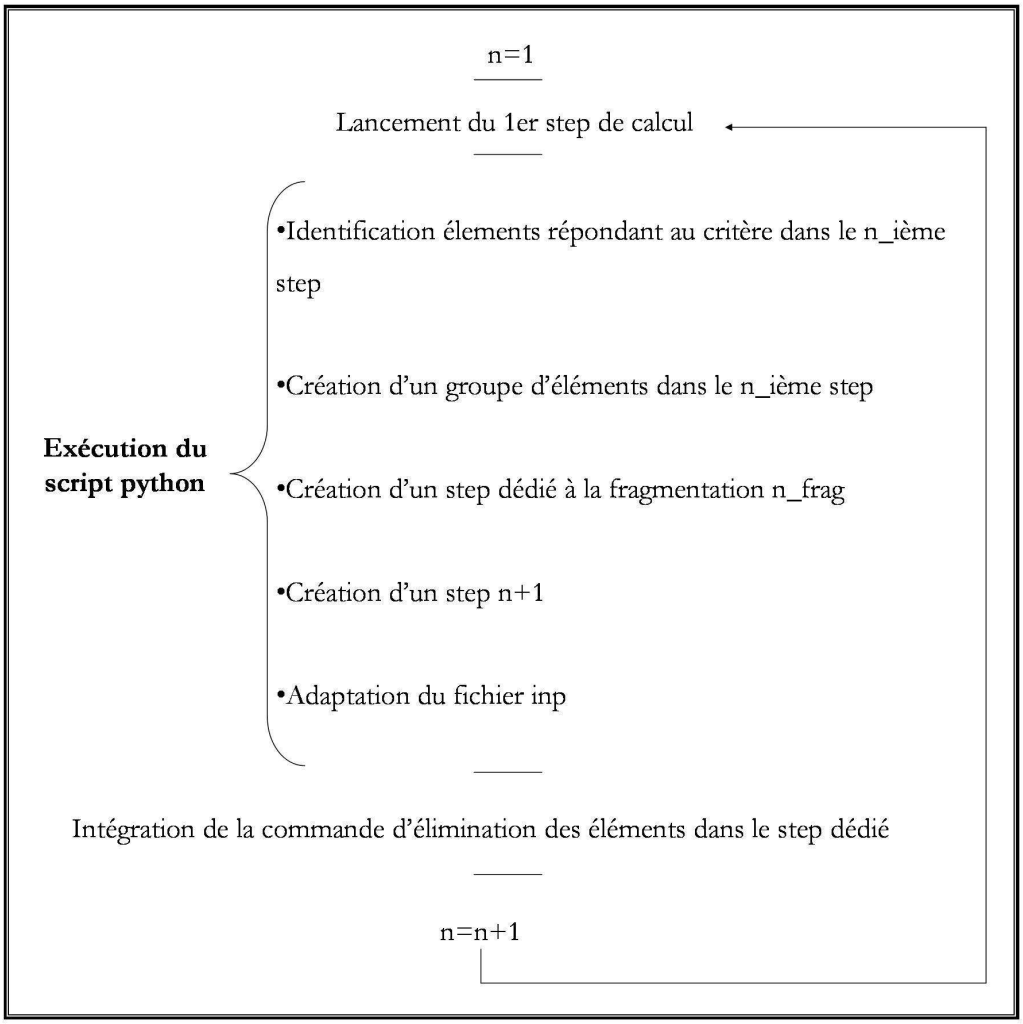


Figure 4.10: Représentation schématique des étapes automatisées par le script Python.

Enfin, les mécanismes induits par les ruptures de fibres sont nombreux [119] et le contact normal imposé numériquement entre les deux matériaux ne suffit pas à définir la loi de contact entre la résine et le fil de chanvre. Expérimentalement, aucune fissuration matricielle induite par le phénomène de fragmentation n'a été constatée. Seuls les transferts de charge par frottement tangentiel ont donc été modélisés dans le cas de l'interface imparfaite. Pour cela, le comportement tangentiel est basé sur le concept de frottement de Coulomb qui établit la relation entre la contrainte de cisaillement maximal de l'interface sur les surfaces et la contrainte normale liée à la pression de contact entre les surfaces grâce au coefficient de frottement μ.

I.3.1.3 Géométrie de l'éprouvette et chargement

Le modèle numérique de l'éprouvette monofilamentaire chanvre/époxy a été réalisé avec le code de calcul éléments finis ABAQUS [145]. La géométrie des éprouvettes utilisées dans la simulation numérique correspond à celle des essais expérimentaux. Le fil cylindrique homogène a été inséré dans un trou de même diamètre, situé dans l'axe central de la géométrie de la résine. Le maillage est constitué d'éléments du second degré C3D20R avec intégration réduite. Les talons ont été fixés à la zone centrale par une condition limite TIE entre leurs surfaces en contact. Pour réduire le temps de calcul, le maillage a été affiné dans la zone possible de fragmentations, c'est à dire sur la partie du fil intégrée dans la longueur utile.

La sollicitation de traction pure a été modélisée en soumettant l'une des extrémités de l'éprouvette à un déplacement dans la direction 2 avec une vitesse constante de 0,5 mm/min, et l'autre extrémité a été encastrée. Pour assurer une traction pure, le déplacement a été considéré nul dans les directions 1 et 3 de l'extrémité sur laquelle est imposé le déplacement. Ces conditions sont définies dans tous les éléments de chaque extrémité, les deux matériaux subissent donc simultanément l'effort de traction (Figure 4.11).

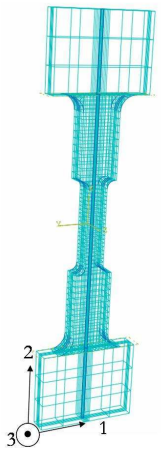


Figure 4.11: Maillage par éléments finis 3D de l'éprouvette de fragmentation doubles congés.

Dans ce modèle numérique, le critère de rupture de la résine n'a pas été utilisé. Par conséquent, l'analyse a été limitée à l'incrément pour lequel la contrainte des éléments de la résine atteint la contrainte limite définie dans le modèle de la loi plastique.

I.3.2 Comparaison avec les résultats expérimentaux

Afin d'obtenir une simulation numérique proche du processus de fragmentation expérimentale de l'éprouvette monofilamentaire chanvre/époxy, plusieurs valeurs du coefficient de frottement μ ont été entrées dans la simulation numérique.

La Figure 4.12 présente une comparaison des différentes courbes contrainte-déformation macroscopiques obtenues pour la simulation numérique de l'interface parfaite et des interfaces imparfaites.

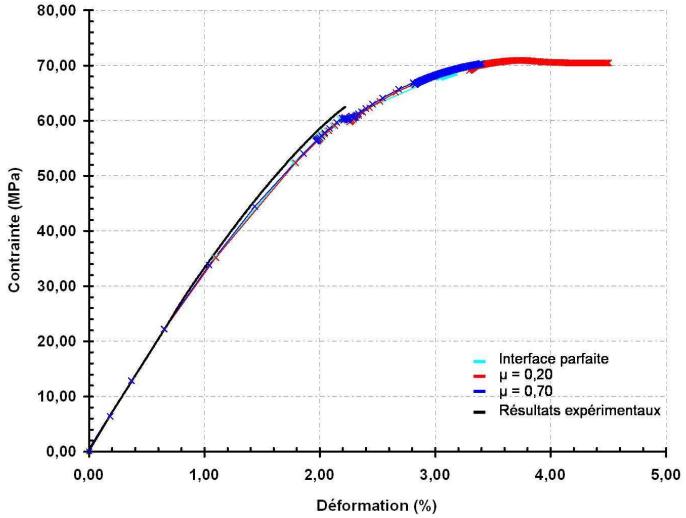


Figure 4.12: Courbes contrainte – déformation macroscopiques obtenues par simulation numérique pour des interfaces parfaites et imparfaites avec différents coefficients de frottement, et comparaison avec la courbe expérimentale [145].

Les résultats sont comparés aux résultats expérimentaux et montrent que la variation du coefficient de frottement ne modifie pas le comportement macroscopique de l'éprouvette monofilamentaire. L'optimisation doit donc être réalisée sur des paramètres faisant directement intervenir l'interface.

La Figure 4.13 présente les différentes fragmentations du fil obtenues pour l'interface parfaite ainsi que pour différents coefficients de frottement testés.

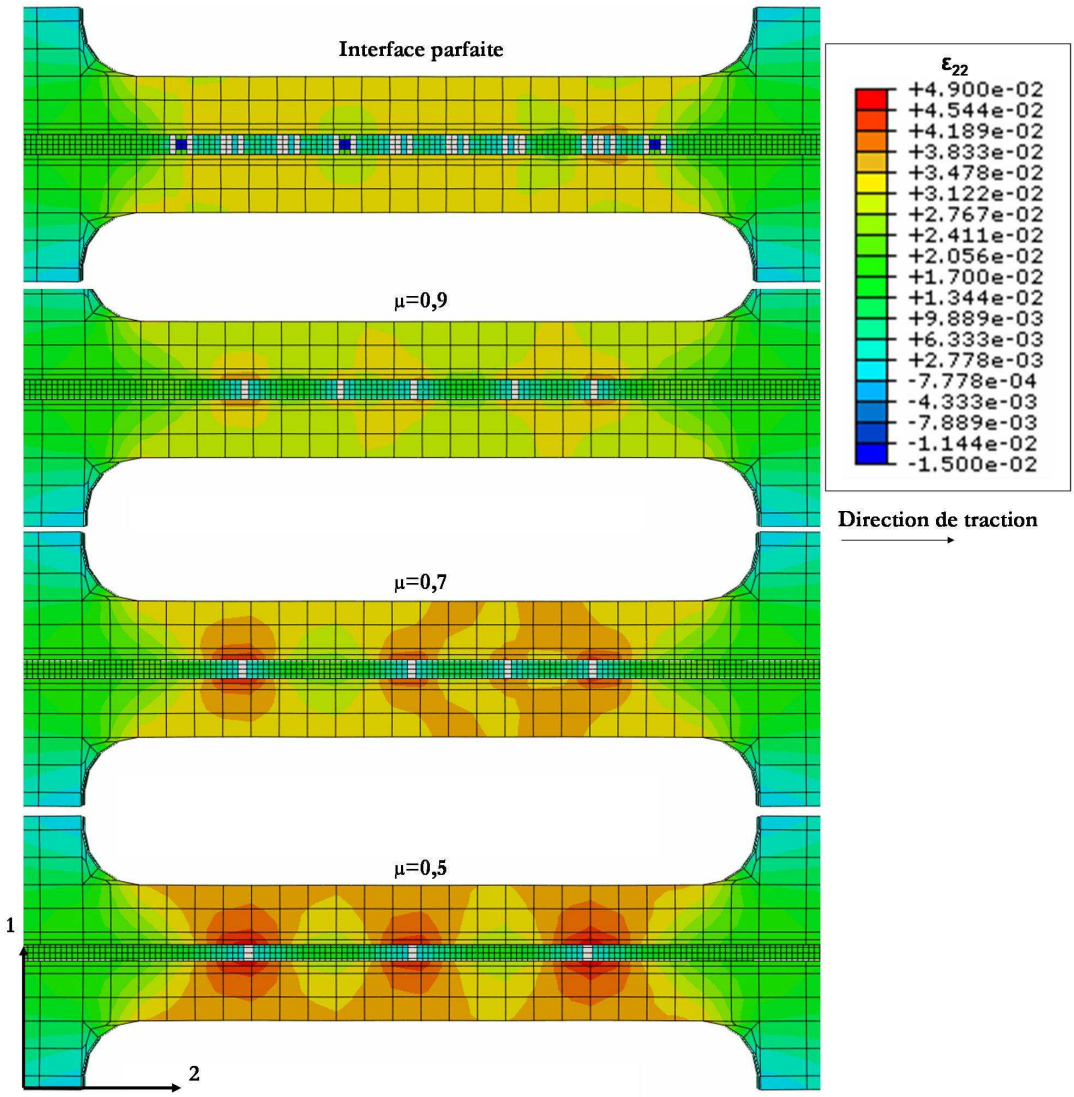
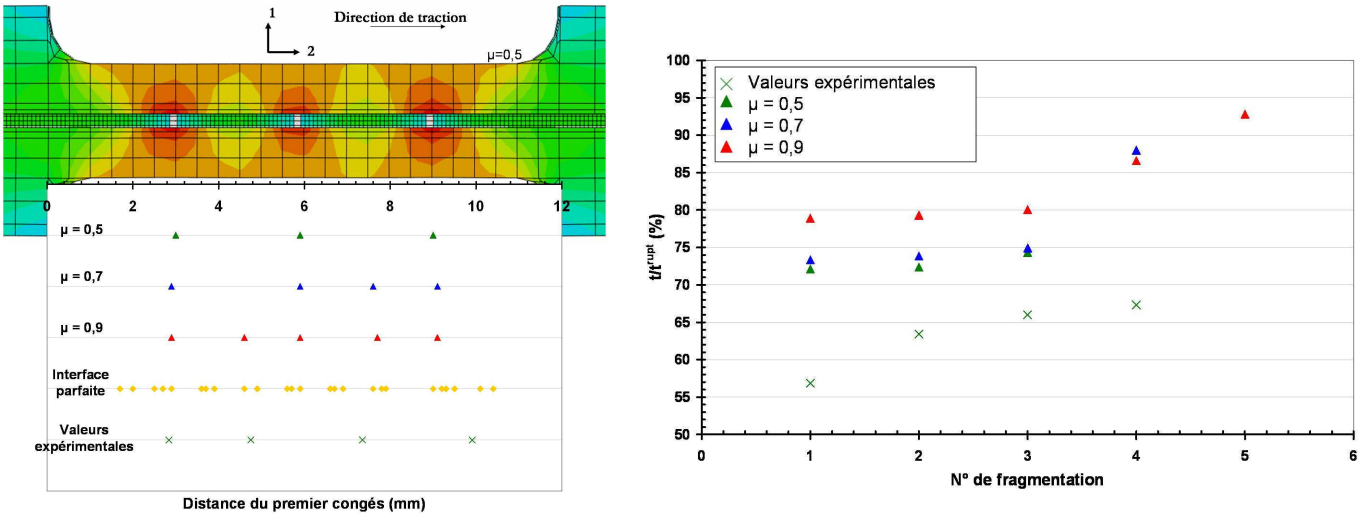


Figure 4.13: Champ de déformation ε_{22} avec 2 axe de traction en fonction du type d'interface : parfaite ou imparfaite avec un coefficient de frottement de 0,9 ; 0,7 ou 0,5.

En premier lieu, la Figure 4.13 montre que la simulation numérique respecte bien la relaxation de contrainte au voisinage de chaque rupture de fil. Pour l'interface parfaite, 23 fragmentations sont détectées avec un schéma de fragmentation fonctionnant par paire. Les coefficients de frottement 0,5 ; 0,7 et 0,9 ont respectivement conduit à 3 ; 4 et 5 fragmentations. L'interface parfaite impose au fil et à la résine d'être collés, cette forte contrainte entraîne de nombreuses fragmentations du fil. De la même façon, plus le coefficient de frottement est grand, plus l'interface subit de fortes contraintes et plus les fragmentations sont nombreuses. Les schémas de fragmentation pour les trois coefficients de frottement s'approchent des constatations expérimentales. Lors des essais expérimentaux, différents paramètres directement liés à l'interface ont été déterminés et pourraient servir de bases de comparaison, telles que la position spatiale ou temporelle des fragmentations ou encore la longueur des fragments.

La Figure 4.14 présente le positionnement spatial (distance par rapport au premier congés) et temporel (pourcentage du temps à rupture) des différentes fragmentations pour les différentes interfaces modélisées. Ces valeurs sont comparées aux valeurs expérimentales obtenues sur une éprouvette doubles congés à saturation du phénomène de fragmentation.



(a) (b)

Figure 4.14: Variation du positionnement (a) spatial et (b) temporel en fonction du type d'interface simulée et comparaison avec les résultats expérimentaux.

Comme évoqué précédemment, les résultats obtenus pour l'interface parfaite ne correspondent pas aux résultats expérimentaux. La meilleure correspondance au niveau du positionnement spatial correspond au coefficient de frottement μ de 0,7 (Figure 4.14a). La Figure 4.14b présente le positionnement temporel des fragmentations numériques. Dans le cas d'un coefficient de frottement μ de 0,5, les fragmentations sont quasiment simultanées, pour les deux autres coefficients de frottement, la ou les dernières fragmentations surviennent plus tard. Les fragmentations numériques pour les trois interfaces imparfaites surviennent systématiquement plus tard que les fragmentations expérimentales. En effet, le processus de fragmentation est amorcé lorsque le fil atteint un certain niveau de déformation, qui est directement lié aux défauts préexistants dans le matériau. Dans la simulation numérique, le matériau est parfait, il ne possède pas de défauts. Un des critères intrinsèque à la qualité de l'interface fibre/matrice est le paramètre (l_c / ϕ), rapport de la longueur critique des fragments sur le diamètre du fil. Le paramètre (l_c / ϕ) obtenu pour les différents types d'interface testés par le calcul numérique a donc été comparé aux résultats expérimentaux en se basant sur l'hypothèse que le processus de fragmentation simulé numériquement atteint toujours l'état de saturation.

Pour cela, la procédure expérimentale de mesure des longueurs de fragments a été appliquée aux simulations numériques réalisées avec les coefficients de frottement 0,5; 0,7 et 0,9 pour déterminer le

paramètre (l_c / ϕ). Les résultats sont présentés en Figure 4.15 et comparés aux résultats expérimentaux.

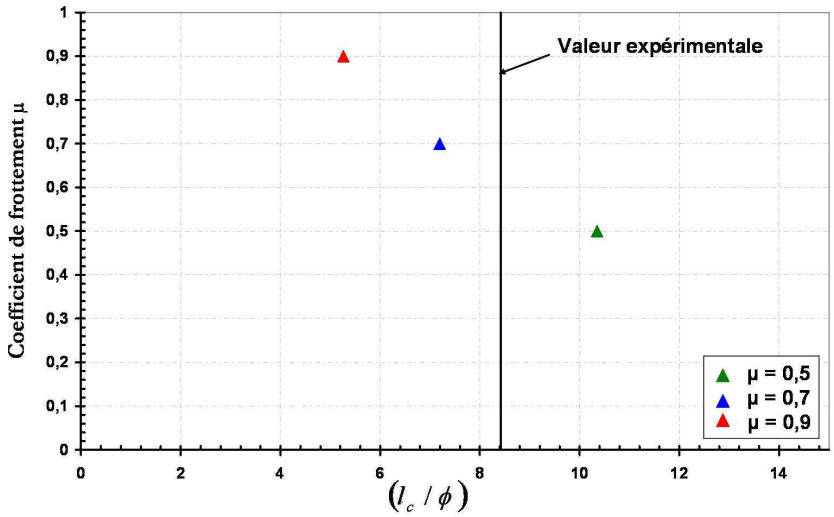


Figure 4.15: Variation du paramètre (l_c / ϕ) en fonction du type d'interface simulée et comparaison avec les résultats expérimentaux.

Les résultats montrent que le paramètre (l_c / ϕ) diminue avec le coefficient de frottement avec une loi quasi-linéaire de sorte qu'un lien peut être établi entre le paramètre (l_c / ϕ) de la loi de Kelly-Tyson et le paramètre μ de la loi de frottement. Le paramètre μ pourrait donc être optimisé à partir de cette comparaison. Cependant, dans une première approche, on constate que le coefficient de frottement de 0,7 conduit au paramètre (l_c / ϕ) le plus proche des résultats expérimentaux, avec une valeur issue de la simulation de 7,2 contre 8,4 pour la valeur expérimentale. Dans les comparaisons suivantes, le contact tangentiel sera donc caractérisé par un coefficient de frottement de 0,7.

Le paramètre μ de l'interface imparfaite a été identifié, le profil des lignes isochromes obtenu expérimentalement peut donc être comparé aux résultats numériques. Les lignes isochromes correspondent aux lignes d'égale différence des contraintes principales. La différence des contraintes principales σ_1- σ_2 dans le plan (1,2) s'écrit grâce à l'équation (55).

$$\sigma_1 - \sigma_2 = \sqrt{(\sigma_{11} - \sigma_{22})^2 + 4\tau_{12}^2} \qquad (55)$$

Le champ des contraintes σ_1-σ_2 a donc été évalué numériquement au cours du processus de fragmentation pour l'interface possédant un coefficient de frottement de 0,7 [145]. La comparaison des lignes isochromes expérimentales et numériques est présentée en Figure 4.16 et Figure 4.17, les profils sont comparés avant fragmentation (Figure 4.16) ainsi qu'après chaque fragmentation (Figure 4.17).

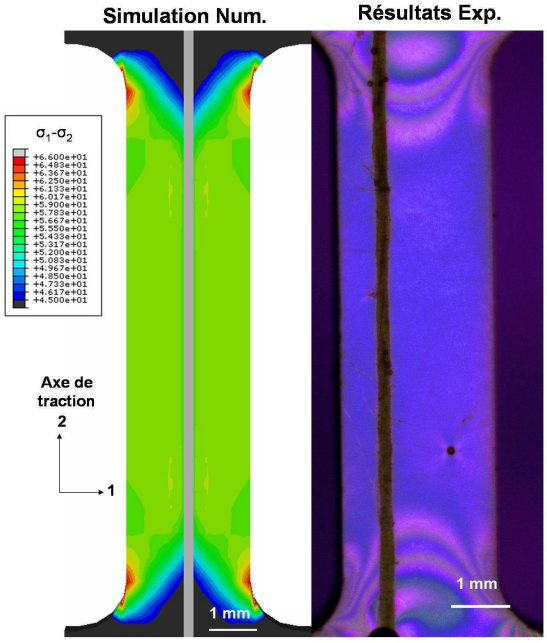
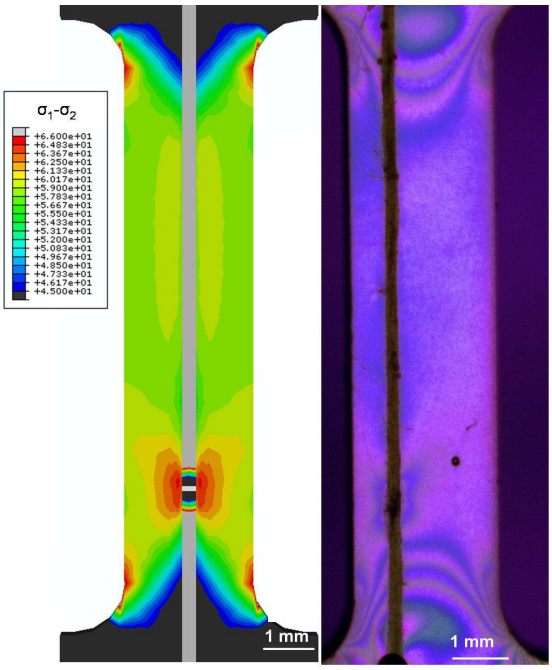
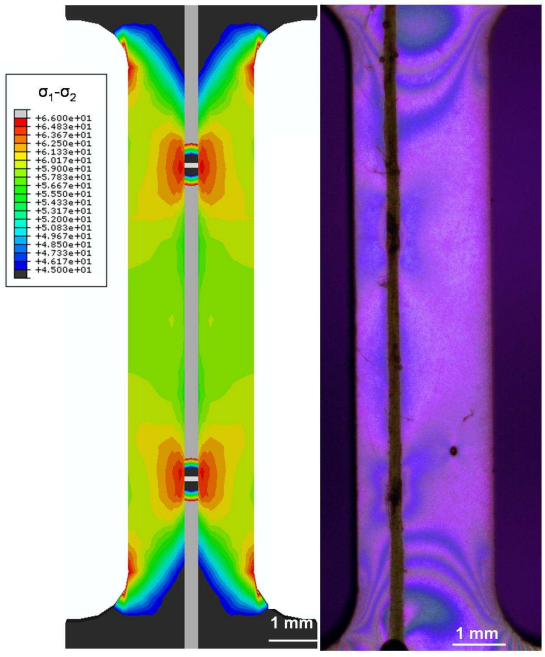


Figure 4.16: Comparaison des isochromes expérimentales et numériques avant fragmentation lors d'un essai de fragmentation sur éprouvette monofilamentaire chanvre/époxy.

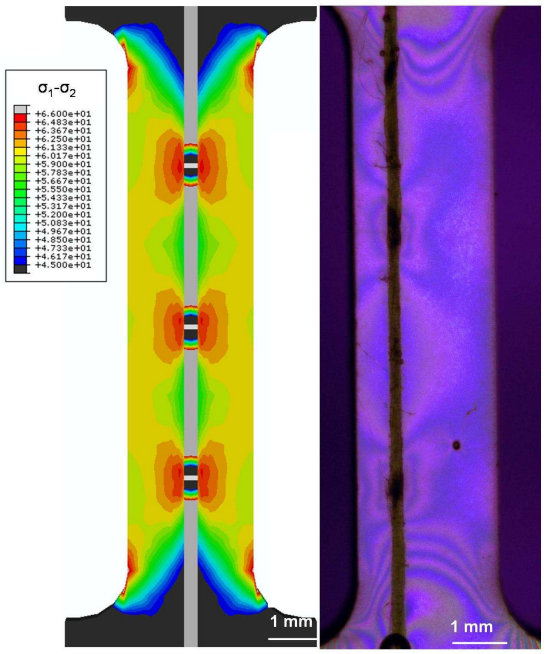
Le profil des lignes isochromes numériques coïncide bien avec les observations expérimentales. Dans le cas du profil avant fragmentation, les isochromes expérimentales et numériques sont symétriques (Figure 4.16). Lors de la première fragmentation, les ellipses caractéristiques d'une rupture de fil sont observées dans la simulation numérique et la zone de redistribution des contraintes dans le reste de l'éprouvette est similaire à l'expérimentation. A saturation du processus de fragmentation, les ellipses sont encore présentes et le profil des isochromes numériques diffère légèrement de celui des isochromes expérimentales car il est directement fonction de la position spatiale des ruptures du fil et notamment de la distance entre chacune d'elles (Figure 4.17).



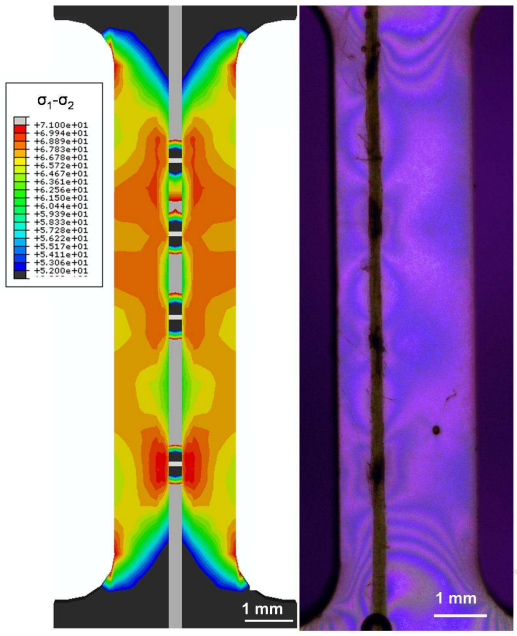
(a) Après la première fragmentation



(b) Après la seconde fragmentation



(c) Après la troisième fragmentation



(d) Après la dernière fragmentation

Figure 4.17: Comparaison des isochromes expérimentales et numériques lors d'un essai de fragmentation sur éprouvette monofilamentaire chanvre/époxy à différents moments du processus de fragmentation.

Le profil des isochromes semble cohérent avec les résultats expérimentaux, l'étape suivante consiste donc à évaluer si la simulation numérique donne une approximation cohérente de la contrainte critique de cisaillement interfacial.

La relation imposée dans la simulation numérique est une relation de frottement tangentiel entre la contrainte équivalente de cisaillement τ et la pression de contact p exercée de façon normale par la résine sur le fil de chanvre. Cette relation peut s'écrire sous la forme de l'équation (56) :

$$\tau = \sqrt{\tau_1^2 + \tau_2^2} = \mu\, p \tag{56}$$

Cette loi relie la contrainte maximale de cisaillement interfacial par frottement à la pression de contact entre les deux entités. La Figure 4.18 présente la décomposition de la contrainte de cisaillement interfacial dans les deux directions orthogonales au contact.

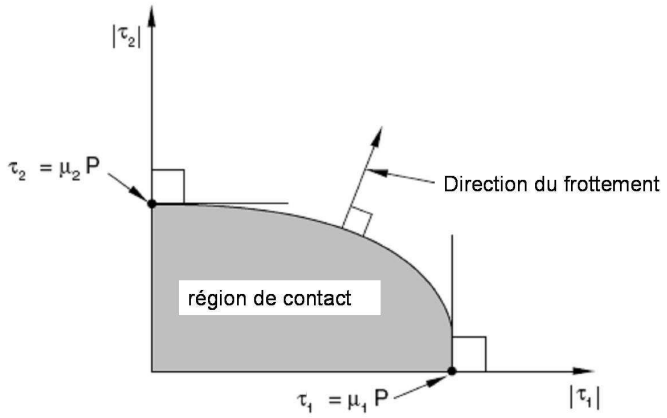


Figure 4.18: Modélisation du contact tangentiel par frottement [146].

Dans la simulation numérique réalisée, le coefficient de frottement est le même dans toutes les directions. Expérimentalement, la contrainte critique de cisaillement interfacial a été calculée à la saturation du processus de fragmentation, la grandeur numérique correspondante est donc la contrainte équivalente de cisaillement interfacial τ donnée par l'équation (56) à condition d'obtenir cette grandeur à la saturation du processus de fragmentation.

La Figure 4.19 présente la cartographie de la contrainte interfaciale de cisaillement à la surface du fil juste avant la rupture complète de l'éprouvette, l'état de saturation du processus de fragmentation ayant été atteint. Différents points entourant chacune des fragmentations ont été choisis et sont présentés en Figure 4.19. Les fragmentations sont numérotées selon leur ordre chronologique d'apparition dans la simulation numérique et les points identifiés constituent les différents points de calcul.

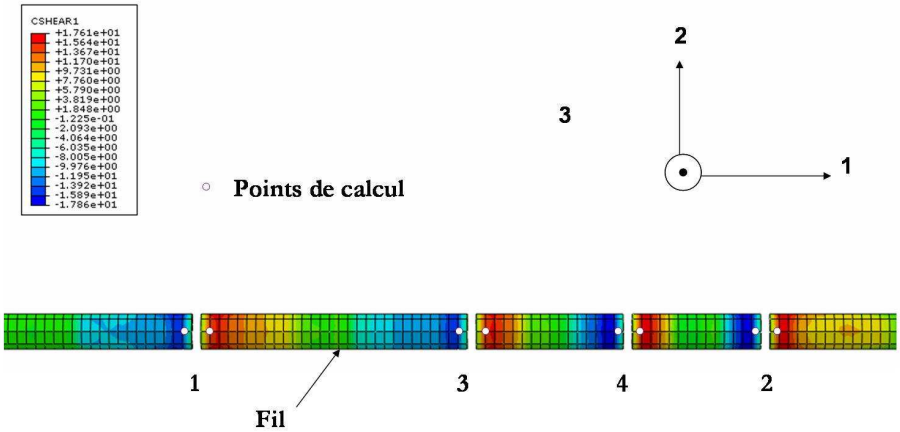


Figure 4.19: Contrainte de cisaillement interfacial à la surface du fil de chanvre, choix de chemins de nœuds.

Un chemin reliant l'ensemble des points a été tracé, le profil de la contrainte équivalente interfaciale le long du fil de chanvre après chaque fragmentation est présenté en Figure 4.20.

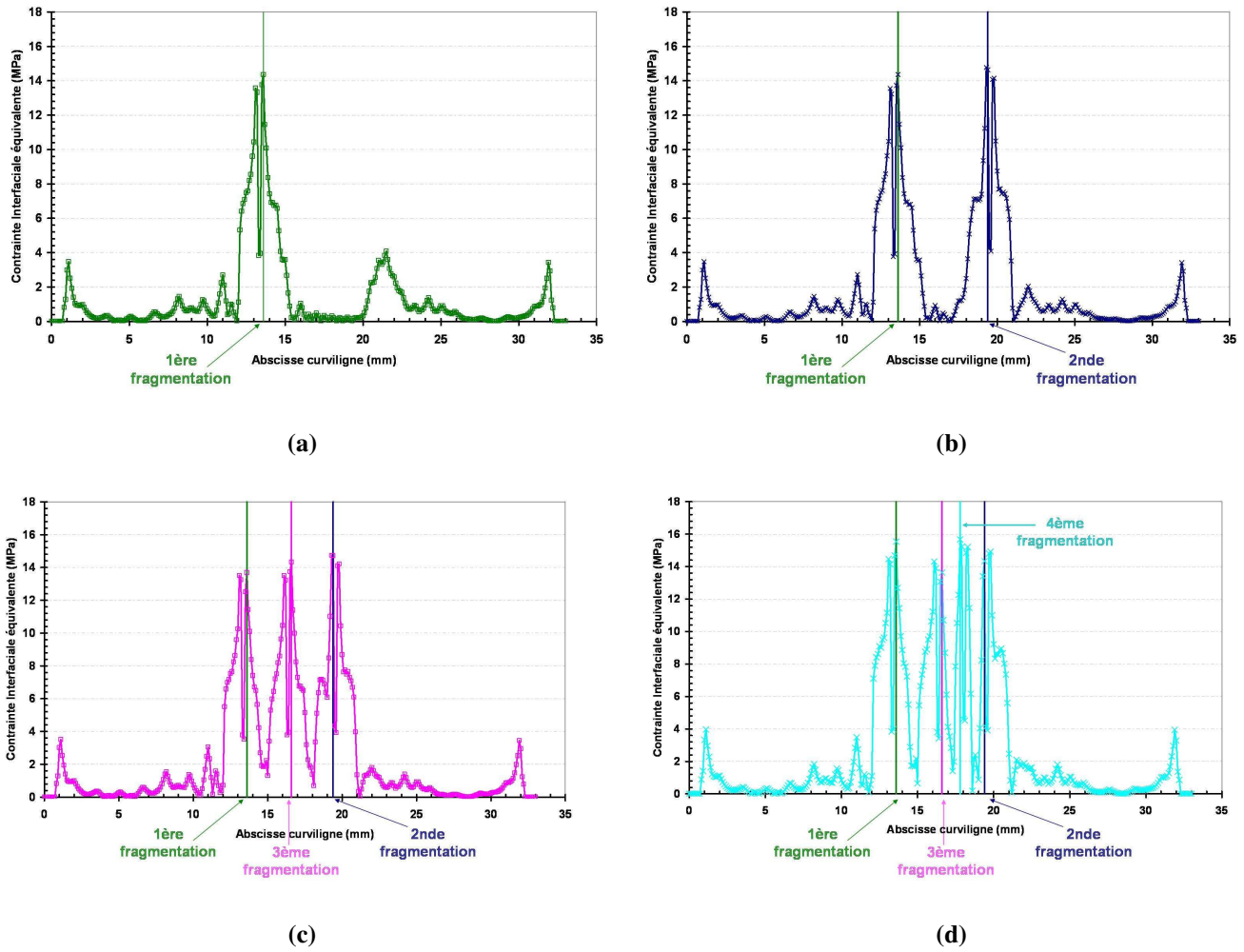


Figure 4.20: Contrainte équivalente de cisaillement interfacial à la surface du fil de chanvre, le long du fil de chanvre.

Les résultats montrent qu'après chaque fragmentation, le profil de la contrainte équivalente τ le long du fil est reproduit de façon similaire. La contrainte interfaciale de cisaillement tend vers une valeur comprise entre 14,2 et 16,9 MPa.

Afin de comparer les résultats numériques aux données expérimentales, l'évolution complète de la contrainte de cisaillement interfacial a été tracée pour les différents points identifiés en Figure 4.19 et les résultats sont présentés dans la Figure 4.21.

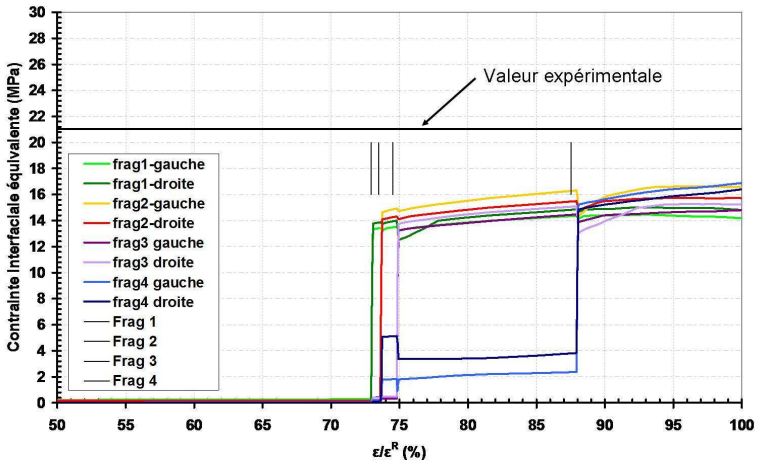


Figure 4.21: Contrainte de cisaillement interfacial équivalente après chaque fragmentation.

Sur la Figure 4.21, les traits noirs verticaux matérialisent l'instant des différentes fragmentations survenues durant la simulation numérique. Toutes les courbes présentées fonctionnent par paire de points entourant chacune des fragmentations. Le profil des courbes se rapportant à la dernière fragmentation diffère légèrement des autres ce qui peut sans doute s'expliquer par son positionnement proche des seconde et troisième fragmentations. Les différentes courbes convergent toutes vers une valeur de la contrainte équivalente de cisaillement comprise entre 14,2 et 16,9 MPa. La valeur expérimentale de référence pour la géométrie doubles congés est de 21,05 MPa. Etant donnée la complexité de l'essai de fragmentation et les hypothèses effectuées pour la simulation numérique, on peut considérer que les deux valeurs sont assez proches.

La simulation numérique proposée a permis de modéliser le processus de fragmentation d'une éprouvette monofilamentaire de composite chanvre/époxy. La prise en compte du frottement tangentiel à l'interface et l'utilisation d'un critère en déformation ont permis d'obtenir une approximation conservative de la contrainte de cisaillement interfacial. Une modélisation plus précise du processus de fragmentation aurait pu être obtenue grâce à la prise en compte d'une interphase possédant une loi de comportement propre.

Afin d'approfondir la compréhension des mécanismes à l'interface fibre/matrice et de déterminer cette loi de comportement, le paragraphe suivant s'intéresse plus particulièrement à l'évolution du champ de déformation au voisinage de l'interface fibre/matrice des composites chanvre/époxy.

I.4. Caractérisation de la liaison fil imprégné/matrice

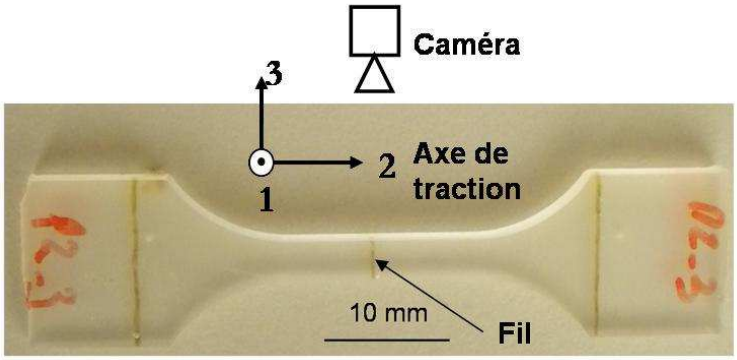
I.4.1 Protocole de l'étude

Afin d'étudier la liaison fil imprégné/matrice époxy, les champs de déformation ont été mesurés par corrélation d'images numériques de mouchetis au voisinage de l'interface fil/matrice. Pour cela, différents types d'essais ont été menés.

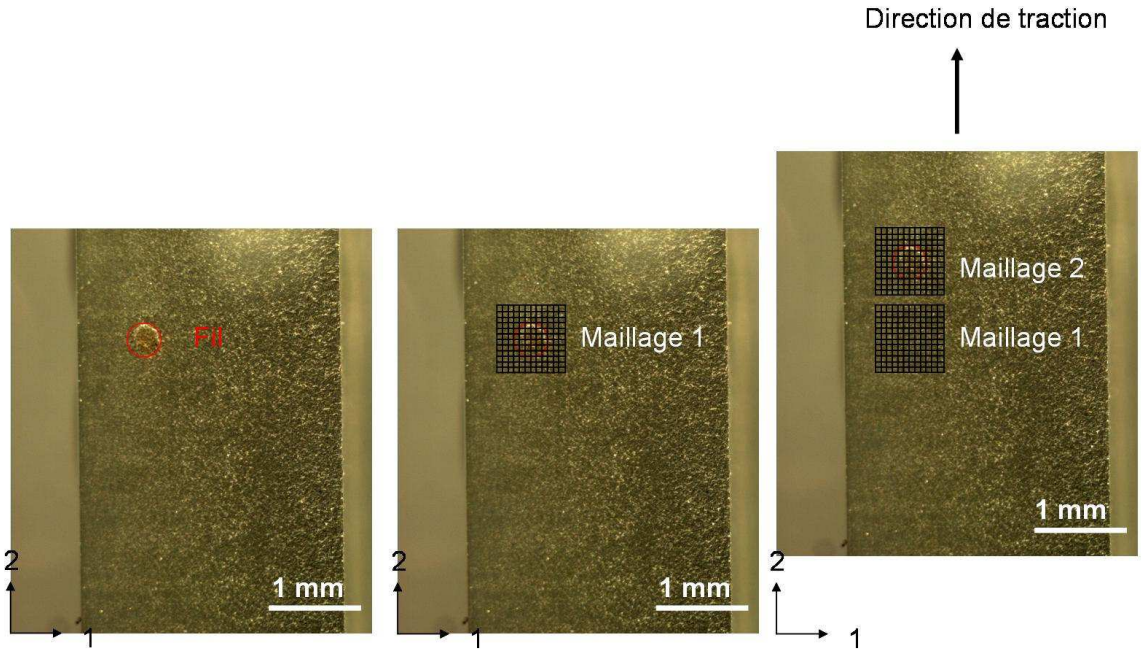
Des essais ont tout d'abord été réalisés sur les éprouvettes doubles congès et haltère destinées aux essais de fragmentation. Pour cela, un mouchetis de grains de 7,5 µm a été déposé à la surface de l'éprouvette de fragmentation comportant un fil de chanvre orienté à 0°. Cependant, le fil étant situé au cœur de l'éprouvette, les conséquences des fragmentations du fil n'ont pas été perceptibles à la surface de l'éprouvette et l'analyse des résultats a délivré des champs de déformations homogènes le long du fil. Un polissage jusqu'au fil a donc été tenté et a nécessité de traverser la moitié de l'épaisseur de l'éprouvette pour atteindre le fil. Cependant, les nombreuses imperfections présentes en surface et au cœur de l'éprouvette ont été révélées par le polissage. De plus, l'élimination de la moitié de l'épaisseur de l'éprouvette par polissage est une opération délicate à réaliser lorsque l'on souhaite obtenir une surface plane pour y déposer un mouchetis. Les résultats ont montré de nombreux problèmes de corrélations des images liées à ces difficultés. Une expérimentation spécifique a donc été développée pour étudier la loi de comportement à l'interface.

Un nouveau type d'éprouvette monofilamentaire, avec un fil orienté à 90° dans l'éprouvette a été conçu. Dans cette configuration, un simple polissage d'une très fine épaisseur permet de révéler la section du fil et de laisser une surface plane facilitant le dépôt du mouchetis pour assurer des corrélations importantes. Des éprouvettes de géométrie haltère possédant une orientation du fil à 90° ont donc été spécifiquement développées (Figure 4.22a). Il est à noter que pour l'étude de ces éprouvettes, l'axe 1 correspond à la direction de l'épaisseur de l'éprouvette, et est donc perpendiculaire à l'axe de traction. L'objectif est d'utiliser la section du fil sortant sur la tranche de l'éprouvette pour étudier le comportement de l'interface chanvre/époxy en mesurant les déformations au voisinage du fil. Pour cela, les éprouvettes ont été mouchetées sur la tranche grâce à un mouchetis possédant des grains d'environ 7,5 µm (Figure 4.22b). La technique de photoélasticimétrie a également été utilisée pour vérifier l'application d'une sollicitation en traction pure sur l'éprouvette.

Lors du dépouillement des essais, la position des fils à 90° a été repérée une fois l'éprouvette mise en place et a permis le choix de la zone d'étude autour du fil. La zone d'étude a été maillée tous les 25 pixels avec une fenêtre de corrélation de 60x60 pixels² ce qui correspond à un point de mesure tous les 58,8µm avec une fenêtre de corrélation de 141x141µm². Pour cela, ce travail a nécessité le développement d'un maillage adaptatif ayant pour but de viser toujours le même point physique de l'éprouvette. A chaque nouvelle image, le maillage est donc déplacé en fonction du déplacement des points du maillage précédent. Les résultats seront toujours rapportés au maillage initial (Figure 4.22b).



(a)



(b)

Figure 4.22: Géométrie des éprouvettes monofilamentaires à 90° en chanvre/époxy (a). Principe du maillage adaptatif pour le dépouillement des mesures par corrélation d'images sur éprouvette monofilamentaire chanvre/époxy à 90° (b).

I.4.2 Etude du champ de déformations

Les résultats de cette étude expérimentale peuvent être retranscrits sous forme de cartographies du champ de déformations obtenues pour différentes valeurs du pourcentage de déformation à rupture. La Figure 4.23 présente les résultats obtenus pour les champs de déformation ε_{22} sur une éprouvette monofilamentaire chanvre/époxy avec fil non traité à 90°. Les cartographies complètes des champs de déformations ε_{11} et ε_{12} sont présentées en Annexe V.

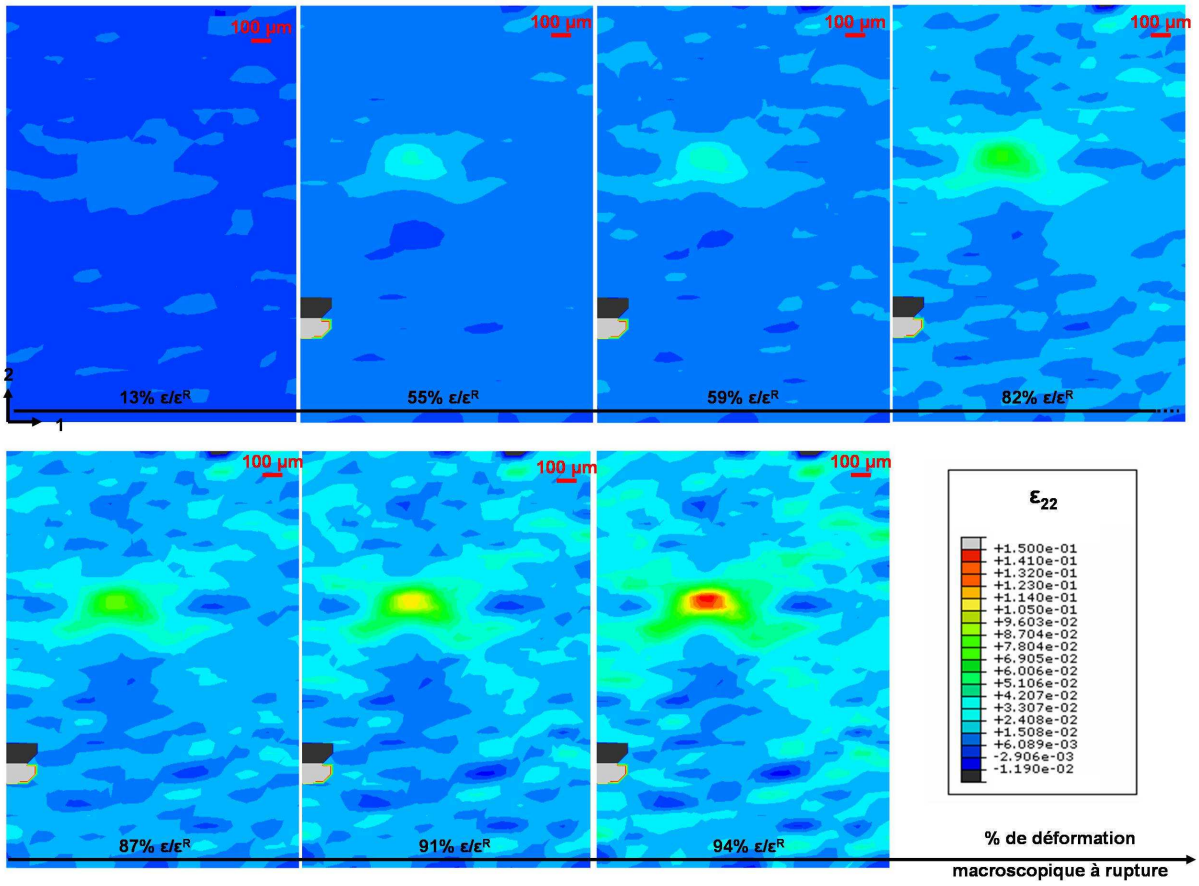


Figure 4.23: Cartographies du champ de déformation ε_{22} mesurées sur la tranche d'une éprouvette haltère monofilamentaire chanvre/époxy avec fil à 90° sollicitée en traction, par la technique de corrélation d'images.

Les résultats montrent que la présence du fil est très légèrement visible à 13% de la déformation à rupture. A partir de 59% de la déformation à rupture, les ellipses qui matérialisent le transfert de charge dans la matrice sont détectées. Le fil se comporte en réalité comme un concentrateur de déformations au sein de la matrice époxy comme en témoignent les résultats sur ce type d'éprouvette. Expérimentalement, on a constaté une rupture du fil par le milieu comme montré en Figure 4.24.

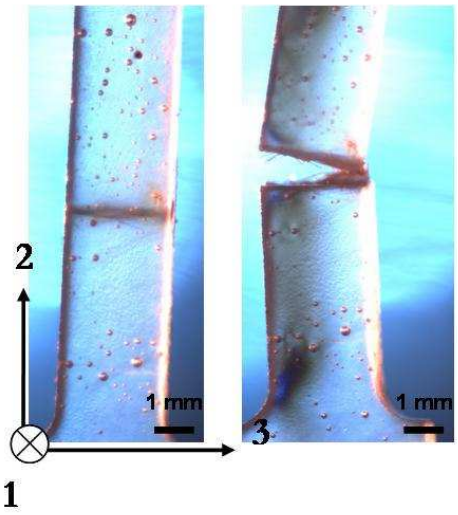


Figure 4.24: Eprouvette monofilamentaire chanvre/époxy à 90° avant et après rupture en traction.

Le fil possèdant un diamètre proche de 305 ± 60 µm, la Figure 4.23 indique qu'il existe un gradient de déformation au sein du fil. Pour comprendre plus en détail le développement du champ de déformation au sein de l'éprouvette de type haltère, trois chemins ont été choisis sur la zone maillée et sont présentés en Figure 4.25.

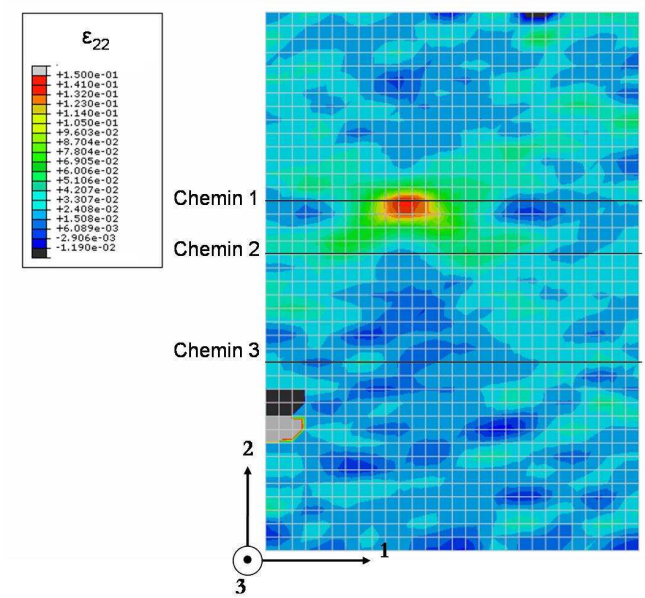
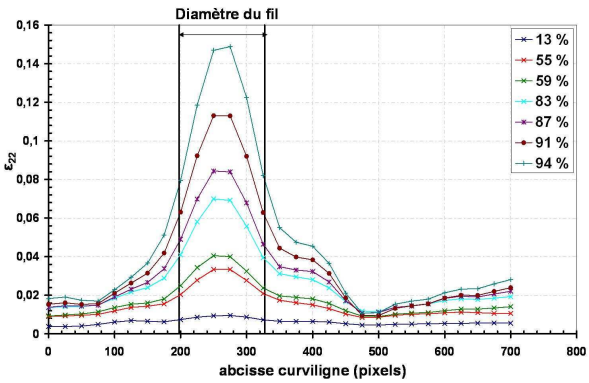
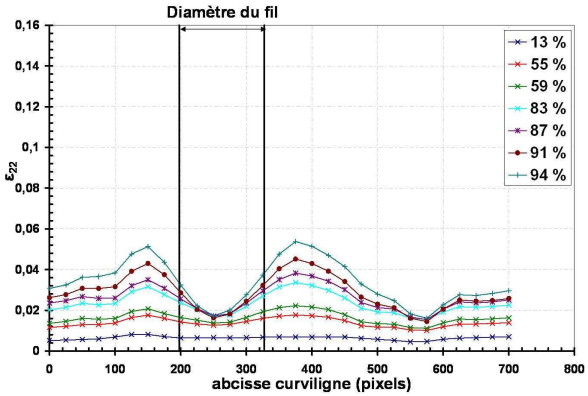


Figure 4.25: Choix des chemins de visualisation de la déformation.

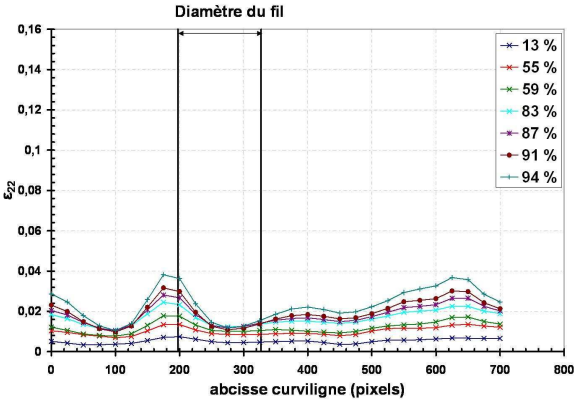
Le premier chemin traverse le cœur du fil, le second chemin traverse les ellipses en périphérie du fil et le troisième est situé dans la résine époxy loin de l'influence du fil. La déformation dans la direction 2 de traction a été mesurée pour ces trois chemins pour différentes valeurs du pourcentage de déformation à rupture de l'éprouvette, les résultats sont présentés en Figure 4.26.



(a) Chemin 1



(b) Chemin 2



(c) Chemin 3

Figure 4.26: Déformation ε_{22} le long des chemins de nœuds pour différents taux de déformation macroscopique, mesurée par corrélation d'images sur éprouvette monofilamentaire chanvre/époxy à 90°.

Sur chacune des images, le diamètre du fil est matérialisé par des traits noirs. Les résultats sur le chemin 1 et le chemin 2 montrent qu'à 55% de la déformation à rupture, le cœur du fil atteint 3,3% de déformation et la déformation maximale constatée dans les ellipses est de 1,7%. A 83% de la déformation à rupture, le coeur du fil atteint une valeur de déformation maximale de 7,9 % et les zones elliptiques de transfert de charge présentent des valeurs de déformation de 3,4%. Enfin à 94% de la déformation à rupture, la déformation est de 14,9% au cœur du fil et de 5,4% dans les zones elliptiques. Sur le chemin 3, les valeurs de déformations sont bien plus faibles, atteignant au maximum 2,2% en dehors des zones de proximité des ellipses où l'influence du fil est encore élevée.

Sur le chemin 1, les résultats montrent un profil quasi-symétrique de la répartition des déformations sur le fil. La légère dissymétrie pouvant sans doute être attribuée au fait que le fil n'est pas parfaitement circulaire. Le gradient de déformation s'accentue quand on augmente le pourcentage de la déformation à rupture. Ce gradient est à mettre en relation avec la structure hélicoïdale du fil, sollicité dans le sens transverse. La plus grande valeur de déformation est détectée au centre du fil. En

effet, le fil est constitué d'un ensemble de fibres enroulées en spirale. Lors de la traction, les fibres périphériques sont tirées vers l'extérieur, le processus de rupture du fil dans le sens transverse conduit à une destruction de la structure hélicoïdale du fil et donc à des valeurs de la déformation très importantes (jusqu'à 14,9% de déformation au cœur du fil alors que le fil ne se déforme que de 2,1 ± 0,2 % dans le sens longitudinal).

Pour permettre une définition plus fine du gradient dans le fil, le maillage a été affiné (en plaçant un point de mesure tous les 10 pixels c'est-à-dire tous les 23,5 µm contre tous les 58,8 µm pour le maillage précédent). La Figure 4.27 présente une comparaison des résultats obtenus à 94 % de la déformation à rupture pour les deux maillages.

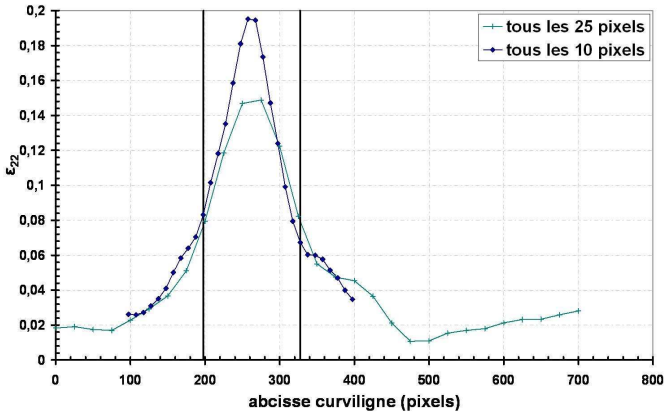


Figure 4.27: Déformation ε_{22} le long d'un chemin traversant le fil pour deux maillages, mesurée par corrélation d'images sur éprouvette monofilamentaire chanvre/époxy à 90°.

Les résultats obtenus sur les deux maillages sont cohérents. Malgré la superposition plus importante des fenêtres de corrélation qui possèdent une taille de 60 x 60 pixels², le maillage le plus fin permet, logiquement, de définir plus précisément le gradient dans le fil. L'utilisation d'une fenêtre de corrélation plus petite permettrait encore d'affiner ces mesures, mais cela necessiterait des grandissements plus importants et donc l'utilisation par exemple d'objectifs de microscope, ce qui pourrait conduire à d'autres difficultés de mesure (perte de profondeur de champ) et n'a pas été réalisé ici.

Pour étudier plus précisément la liaison fil imprégné/matrice, différents points ont été choisis pour être suivis durant l'essai. Le choix de ces points est lié au diamètre du fil : la Figure 4.28 présente une représentation schématique du diamètre du fil estimé à 305 µm pour le cercle central, la variation de 60 µm a été prise en compte grâce aux deux cercles périphériques. Deux points ont été choisis dans la matrice r1 et r2, trois points au cœur du fil f1,f2 et f3 et trois points pour représenter l'interface fil/matrice i1,i2 et i3.

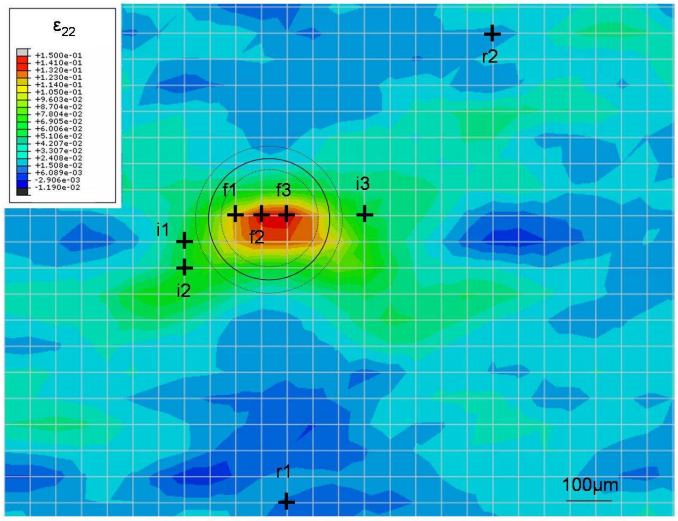
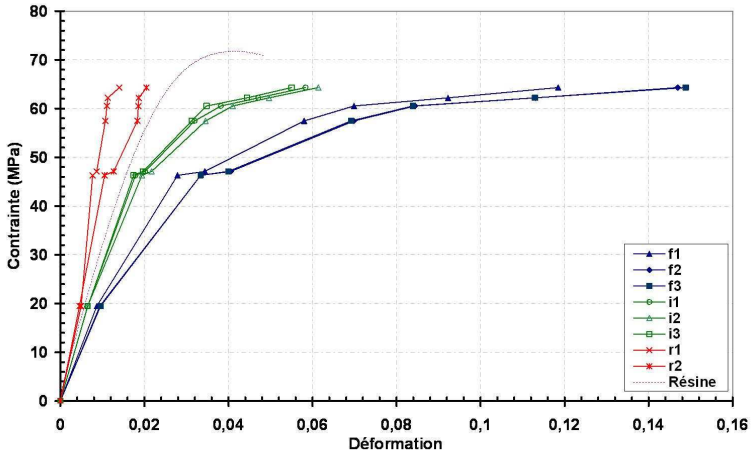
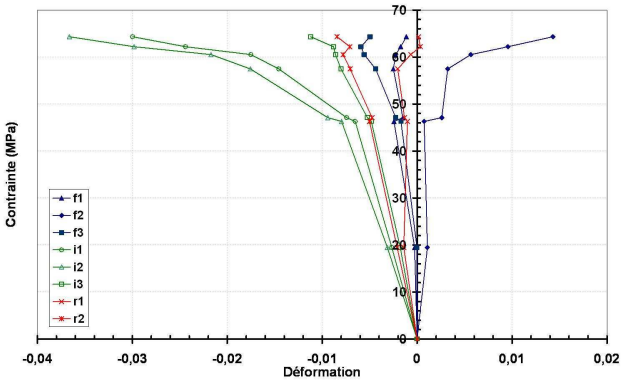


Figure 4.28: Positionnement des points de suivi dans le fil (f1,f2, f3) à l'interface (i1,i2,i3) et dans la matrice (r1,r2) pour le dépouillement des mesures par corrélation d'images.

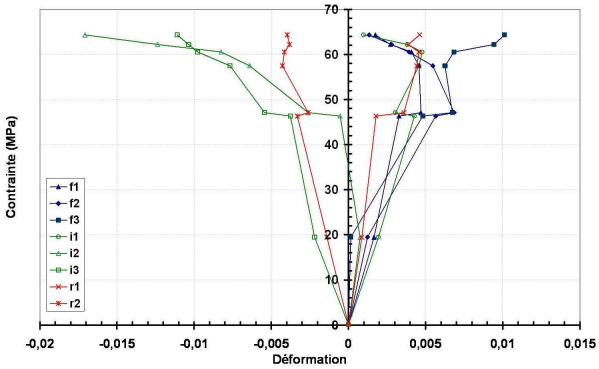
En chacun de ces points et à chaque étape de l'essai, les valeurs de déformation mesurées par corrélation d'images et les valeurs correspondantes de la contrainte appliquée à l'éprouvette ont été relevées. Il est ainsi possible de reconstituer le comportement «local » en chacun de ces points au cours de l'essai. La Figure 4.29 présente ainsi les résultats obtenus pour les trois déformations ε_{11}, ε_{22}, ε_{12} dans le plan de la tranche de l'éprouvette.



(a) ε_{22}



(b) ε_{11}



(c) ε_{12}

Figure 4.29: Suivi, par corrélation d'images, des courbes contrainte macroscopique – déformation locale en différents points au voisinage de l'interface fil/matrice lors d'un essai de traction sur éprouvette monofilamentaire chanvre/époxy à 90°.

Dans la direction de traction, la déformation ε_{22} la plus importante est détectée dans le fil, le gradient précédemment observé dans le fil est visible grâce aux trois points du fil testés, les points f2 et f3 étant très similaires. En mesurant la pente des courbes contrainte macroscopique-déformation locale dans le fil, on détermine un module transverse E_{22} du fil de 1264 ± 154 MPa. Cette valeur est tout à fait cohérente avec les calculs du modèle analytique qui prévoyaient un module transverse du fil de 1174 MPa. Les points situés dans l'interface présentent des courbes intermédiaires entre les déformations des points du fil et celles des points de la résine. Les résultats de la Figure 4.29b indiquent que la déformation ε_{11} des points de la résine est négative et proche de celles de certains points du fil. La déformation ε_{11} négative de la résine s'explique bien par l'effet Poisson. Dans le fil, deux points du fil présentent des valeurs de ε_{11} proches de celles des points choisis dans la matrice alors qu'un point présente une dilatation. La structure hélicoïdale du fil permet peut être au fil de résister à la compression induite par le coefficient de Poisson de la résine. Les points situés à l'interface fil/matrice

présentent de fortes valeurs négatives de ε_{11} qui seront accentuées par la dilatation de certains points du fil.

En effet, la Figure 4.30 présente, sous forme de cartographie, le champ de déformation ε_{11} obtenu pour 94% de la déformation macroscopique à rupture.

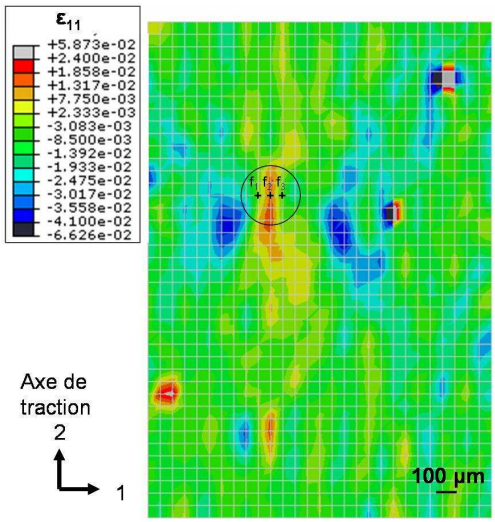


Figure 4.30: Cartographie du champ de déformation ε_{11} mesurée sur la tranche d'une éprouvette haltère monofilamentaire chanvre/époxy avec fil à 90° sollicitée en traction, par la technique de corrélation d'images.

Les points f1, f2 et f3 choisis précédemment ont été retranscrits sur la Figure 4.30. Cette cartographie confirme les constatations précédentes : des zones de déformation ε_{11} négatives de part et d'autre du fil sont observées. Puis, au fur et à mesure que l'on s'approche du fil, les valeurs de la déformation ε_{11} tendent vers des valeurs positives atteintes au cœur du fil. Le fil se comporte comme un défaut, ce profil explique l'évolution constatée pour le point f2 sur la Figure 4.29b.

Enfin, en ce qui concerne la déformation de cisaillement ε_{12}, on constate sur la Figure 4.29c que les valeurs mesurées restent faibles par rapport à ε_{22} et sont assez bruitées. Cependant, les résultats obtenus montrent bien que ce sont les points situés à l'interface fil/matrice qui subissent les plus fortes déformations de cisaillement, ce qui montre la nécessité de caractériser sa tenue en cisaillement, comme nous l'avons fait précédemment avec les essais de fragmentation.

Le suivi de points situés dans le fil, dans la résine ainsi qu'à l'interface fil/matrice donne de précieuses informations sur la liaison fil imprégné/matrice dans les composites chanvre/époxy. Dans cette configuration, la sollicitation est transverse au fil et met donc en jeu le caractère orthotrope du fil et le transfert de charge fil/matrice dans la direction normale au fil se rapporte à cette sollicitation particulière. Une première approche de la simulation numérique de cet essai avec le fil orienté à 90° a donc été proposée sur cette base.

I.4.3 Simulation numérique de l'essai de traction avec fil orienté à 90°

I.4.3.1 Lois de comportement des matériaux

Dans cette simulation, le fil de chanvre a été modélisé comme un cylindre homogène présentant un comportement orthotrope linéaire élastique. Les données expérimentales d'entrées utilisées sont le module longitudinal déterminé grâce aux essais de traction (Tableau 3.8), le module transverse expérimental déterminé par corrélation d'images numériques de mouchetis. Le module de cisaillement et le coefficient de Poisson utilisés en entrée sont issus du modèle analytique. La loi de comportement élasto-plastique de la résine époxy est celle obtenue expérimentalement, comme dans la simulation numérique du processus de fragmentation. En première approche, l'interface a été simulée soit par un contact parfait entre les deux matériaux soit par une interface imparfaite similaire à celle utilisée lors de la simulation du processus de fragmentation. L'interface imparfaite a donc été modélisée par une pression normale entre le fil et la matrice exercée sur les groupes de nœud de chaque surface. Le comportement tangentiel a été modélisé par une loi de frottement avec un coefficient de frottement μ de 0,7 déterminé grâce à la simulation numérique du processus de fragmentation.

I.4.3.2 Géométrie de l'éprouvette et chargement

La géométrie des éprouvettes utilisées dans la simulation numérique correspond à celle des essais expérimentaux. Le fil cylindrique homogène a été inséré dans un trou de même diamètre, transversal à l'axe de traction. Le maillage est constitué d'éléments C3D8R avec intégration réduite. La sollicitation de traction pure a été modélisée en soumettant l'une des extrémités à un déplacement dans la direction 2. Sur cette extrémité, le déplacement a été considéré nul dans les directions 1 et 3. L'autre extrémité a été encastrée. La vitesse de déplacement est constante et imposée à 0,5 mm/min.

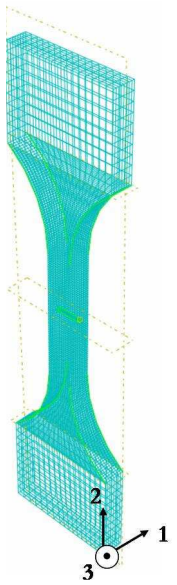
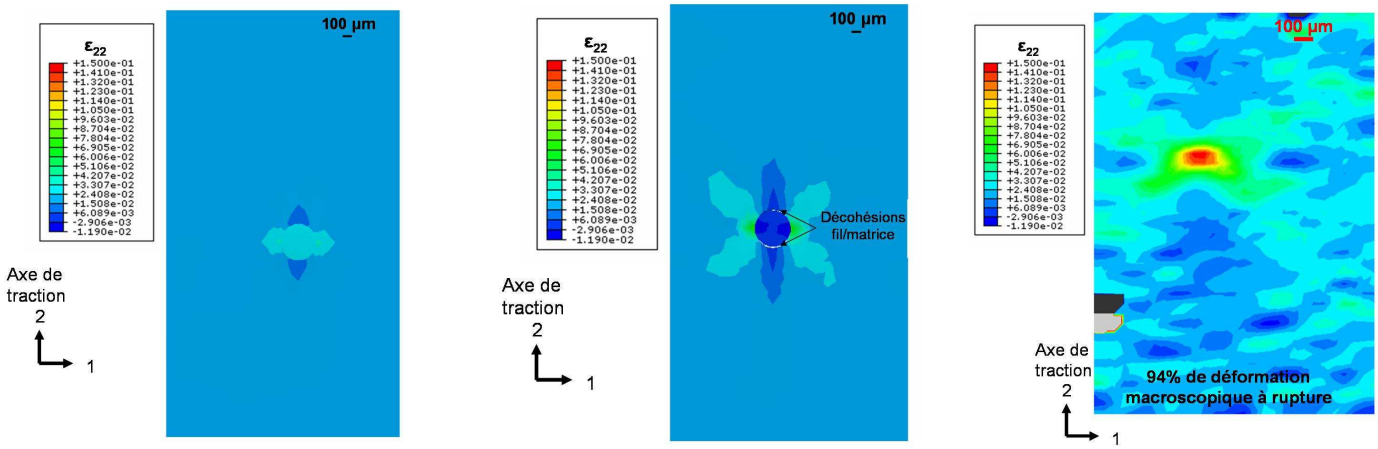


Figure 4.31: Maillage tridimensionnel par éléments finis de l'éprouvette monofilamentaire chanvre/époxy à 90°.

I.4.3.3 Comparaison avec les résultats des essais expérimentaux

La Figure 4.32 présente la répartition des déformations ε_{22} autour du fil pour la simulation numérique avec une interface parfaite (a) ou avec une interface imparfaite (b) et est comparée aux résultats expérimentaux (c). Les données sont présentées sur une même échelle de couleur de valeurs pour permettre une comparaison quantitative des résultats.



(a) **(b)** **(c)**

Figure 4.32: Champ de déformation ε_{22} pour deux simulations numériques : interface parfaite (a) , interface imparfaite (b) et comparaison avec les mesures par corrélation d'images (c) pour l'éprouvette monofilamentaire chanvre/époxy à 90°.

Les résultats de l'interface parfaite ne correspondent pas à la visualisation des cartographies expérimentales. Dans le cas de l'interface imparfaite, les ellipses de transfert de charge sont bien présentes comme dans la cartographie expérimentale avec des valeurs de déformation ε_{22} plus faibles. Cependant, ce modèle conduit à l'apparition de décohésions à l'interface fil/matrice dans la direction de la sollicitation, comme on peut le voir sur la Figure 4.32b : les zones blanches dénotent de l'absence de cohésion entre le fil et la matrice. La Figure 4.33 présente les résultats le long d'un chemin traversant le cœur du fil pour les simulations numériques avec les deux types d'interfaces et la comparaison avec les valeurs expérimentales.

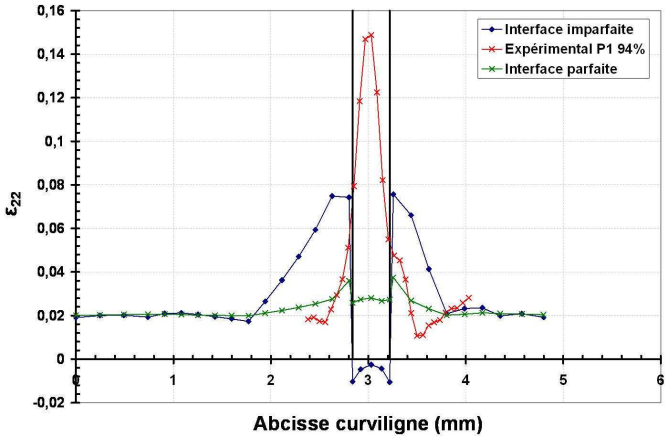
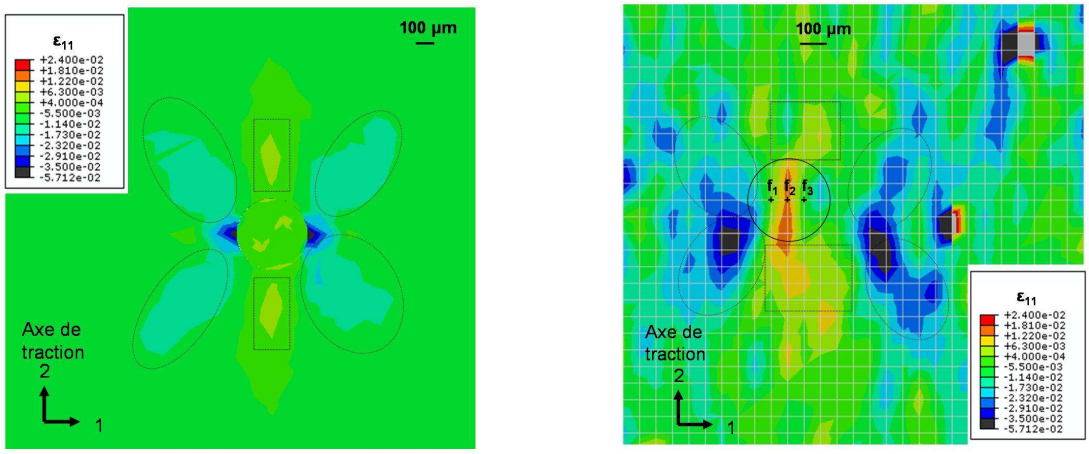


Figure 4.33: Visualisation de la déformation ε_{22} le long d'un chemin traversant le fil pour les deux simulations par éléments finis et comparaison avec les résultats expérimentaux obtenus par corrélation d'images sur une éprouvette monofilamentaire chanvre/époxy à 90°.

Ces résultats montrent que ni la simulation avec l'interface parfaite ni celle avec l'interface imparfaite ne parviennent à restituer le comportement du fil mesuré expérimentalement. Cela s'explique par le fait que, dans ce modèle, seule la matrice est sollicitée. Il faudrait donc modéliser plus finement la liaison fil imprégné/matrice. De plus, le fil de chanvre a été modélisé comme un cylindre homogène auquel les propriétés des fils de la campagne expérimentale ont été attribuées. Ces propriétés correspondent à celles d'un fil brut sollicité en traction et diffèrent certainement de celles d'un fil imprégné de résine époxy soumis à une même sollicitation.

La Figure 4.34 présente les cartographies de la déformation ε_{11} pour la simulation avec l'interface imparfaite et pour les résultats expérimentaux obtenus par corrélation d'images.



(a) **(b)**

Figure 4.34: Cartographies de la déformation ε_{11} obtenues par la simulations avec interface imparfaite (a) et par mesures par corrélation d'images (b) sur une éprouvette monofilamentaire chanvre/époxy à 90°.

Etant donnée la manière dont a été modélisée l'interface imparfaite, les résultats de la simulation numérique ne permettent logiquement pas de modéliser le champ de déformation au cœur du fil. Cependant, le profil de la déformation transverse ε_{11} présente, en périphérie du fil, des allures voisines de celles mesurées expérimentalement et en particulier, une zone de déformation ε_{11} qui tend à être positive sur un axe vertical traversant le fil.

I.5. Bilan sur la caractérisation de l'interface fibre/matrice

Les propriétés interfaciales des composites chanvre/époxy ont été tout d'abord caractérisées par des tests de fragmentation. Les résultats obtenus ont souligné l'importance de l'optimisation de l'interface fibre/matrice dans les composites à renforts fibres naturelles en montrant une contrainte critique de cisaillement interfacial plus faible dans les composites chanvre/époxy que dans les composites verre/époxy. Des simulations numériques de tests de fragmentation sur éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy ont également été développées, avec plusieurs types d'interface. Les résultats ont permis d'obtenir une estimation conservative de la contrainte critique de cisaillement interfacial. Afin d'étudier plus précisément la liaison fil imprégné/matrice dans ces matériaux, des mesures par corrélation d'images numériques ont été réalisées sur la tranche d'éprouvettes monofilamentaires à 90°. Les lois de comportement de points situés dans le fil, dans la matrice et à l'interface fil/matrice ont ainsi pu être déterminées expérimentalement et pourront constituer une base d'amélioration de la simulation numérique proposée. Cette simulation numérique de la liaison fil/matrice est une première approche, de nombreuses pistes d'amélioration sont envisageables. Tout d'abord, il serait intéressant, dans un travail futur, de proposer une loi cohésive modélisant

l'interphase entre le fil et la matrice. Pour cela, la matrice d'élasticité des éléments cohésifs, qui permet de définir un comportement couplé sous forme d'une loi de traction/séparation, pourrait intégrer les paramètres directement identifiés expérimentalement. Cette loi cohésive devra être validée sur la simulation numérique de l'essai avec fil orienté à 90° avant d'être intégrée pour définir la loi de comportement de l'interphase dans la simulation numérique du processus de fragmentation. De plus, dans les composites à fibres naturelles qui connaissent une grande variabilité, il serait intéressant de faire varier les paramètres d'entrée de la simulation numérique selon les distributions statistiques définies expérimentalement.

Chapitre II. Optimisation de l'interface fibre/matrice des composites

L'optimisation de l'interface fibre/matrice dans les composites à renforts fibres naturelles constitue l'un des leviers au remplacement des fibres synthétiques par des fibres naturelles. Le but de ce chapitre est d'analyser l'influence de deux procédés d'optimisation de l'interface fibre/matrice : les traitements thermiques et les traitements chimiques.

II.1. Influence des traitements thermiques du renfort sur le comportement mécanique des composites.

La forte nature hydrophile des fibres naturelles impose de contrôler la stabilité des fibres par rapport à l'eau pour éviter une trop faible compatibilité avec une matrice fortement hydrophobe.
Dans cette étude, différentes températures d'étuvage des renforts ont été testées, pour chacune d'entre elles, l'étuvage est réalisé sur 24 heures.
L'influence des traitements thermiques a tout d'abord été analysée au moyen d'essais de traction sur fils de chanvre et sur tissus de chanvre. Le nombre d'essais effectués n'a pas permis de réaliser une étude statistique sur ces échantillons. Les valeurs calculées sont donc les moyennes arithmétiques des valeurs mesurées. Les caractéristiques mécaniques obtenues sont présentées respectivement dans les Tableau 4. 4 et Tableau 4. 5.

Fils	Etuvage	Diamètre (µm) (Laplace-Gauss)	densité D	E (MPa)	σ_{max} (MPa)	ε^{rupt}(%)
F5	Aucun	305 ± 60	1,14	10000 ± 2500 (Laplace-Gauss)	191± 38 (Weibull)	2,1 ± 0,2 (Weibull)
F5-40	40°C	320 ± 35	1,04	11692 ± 1625	268 ± 37	2,2 ± 0,4
F5-105	105°C	300 ± 60	1,18	12836 ± 7783	270 ± 141	2,0 ± 0,3
F5-120	120°C	350 ± 65	0,87	11060 ± 570	254 ± 86	2,4 ± 0,5

Tableau 4. 4. Caractéristiques des fils de chanvre pour différentes températures d'étuvage.

Nomenclature	Etuvage	E (MPa)	σ_{max} (MPa)	$\varepsilon_{trav}^{rupt}$(%)
T5b	Aucun	1786 ± 557	22,7 ± 0,3	1,95 ± 0,03
T5-40	40°C	1136 ± 156	22 ± 3	2,27 ± 0,24
T5-80	40°C	1191 ± 265	28 ± 2	2,1 ± 0,2
T5-105	105°C	1378 ± 51	26 ± 3	2,10 ± 0,14
T5-120	120°C	1367 ± 195	20 ± 3	2,29 ± 0,19
T5-160	160°C	1371 ± 44	17,7 ± 0,8	1,54 ± 0,08

Tableau 4. 5. Caractéristiques des tissus de chanvre pour différentes températures d'étuvage.

Compte tenu des dispersions, les résultats obtenus sur les fils de chanvre étuvés à différentes températures ne permettent pas de conclure quantitativement sur l'influence de la température d'étuvage sur le diamètre et les caractéristiques mécaniques des fils. Au contraire, les résultats obtenus sur les tissus suggèrent une diminution de la rigidité des tissus due à l'étuvage. En effet, les modules d'Young des tissus étuvés sont inférieurs à ceux des tissus non étuvés quelle que soit la température d'étuvage. La contrainte maximale atteinte est plus importante pour une température d'étuvage de 40°C ou de 105°C pour les fils et de 80°C ou de 105°C pour les tissus. Cette contrainte maximale diminue à partir de 120°C pour les deux matériaux, température pour laquelle un changement de coloration des tissus est constaté.

La technique d'émission acoustique a permis de montrer que les courbes du nombre cumulé d'évènements acoustiques sont similaires pour les fils non étuvés et étuvés à 105°C (Figure 4.35).

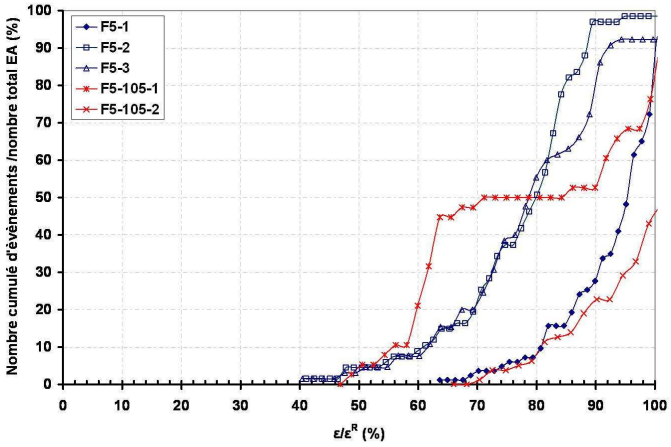


Figure 4.35: Nombre cumulé d'évènements acoustiques en fonction du taux de déformation pour des fils de chanvre étuvés à 105°C et non étuvés.

De plus, le processus de rupture des fils et des tissus ne présente pas de différence notable pour les différentes températures d'étuvages testées. L'augmentation de la contrainte maximale constatée a gouverné le choix des traitements thermiques testés sur les composites chanvre/époxy. Des tissus non

étuvés ou étuvés à 40°C ou 105°C ont donc été utilisés comme renfort pour étudier l'influence des traitements thermiques sur le comportement mécanique des composites chanvre/époxy.

Les matériaux composites chanvre/époxy utilisés dans cette étude sont répertoriés dans le Tableau 4.6.

Nomenclature	Etuvage	Grammage tissu (g/m²)	Densité du composite D	v_f (%)
C14	Aucun	193	1,240 ± 0,010	31 ± 4
C15	40°C	199	1,210 ± 0,020	37 ± 4
C16	105°C	181	1,180 ± 0,040	37 ± 4

Tableau 4.6. Caractéristiques physiques des composites chanvre/époxy étudiés.

Des essais de traction sur composites $[+45/-45]_7$ sollicitant plus particulièrement l'interface ont été menés. Les courbes de traction des composites $[+45/-45]_7$ non étuvés, étuvés à 40°C et 105°C sont présentées en Figure 4.36 et associées au Tableau 4.7.

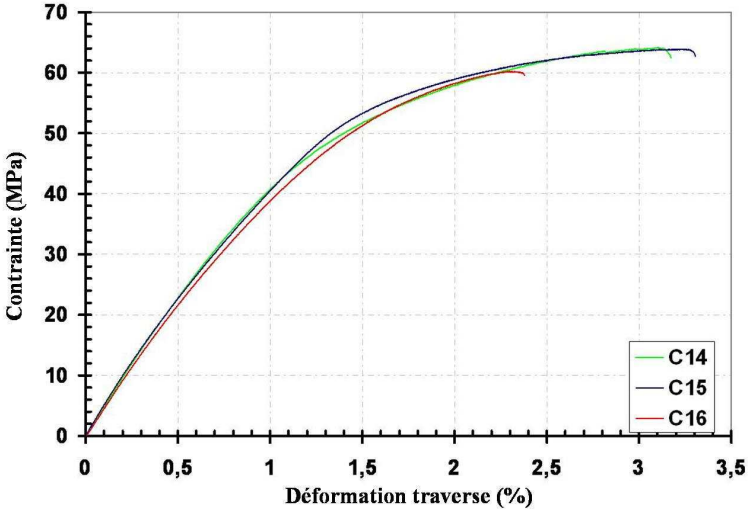


Figure 4.36: Courbes de traction contrainte σ_{xx}/ Déformation ε_{xx} avec x axe de traction. Essai de traction sur composites chanvre/époxy $[+45/-45]_7$ non étuvés , étuvés à 40°C et étuvés à 105°C.

Nomenclature	v_f (%)	Densité D	E (MPa)	σ_{max} (MPa)	$\varepsilon_{trav}^{rupt}$(%)	E/D (MPa)	σ_{max}/D (MPa)
C14 (non étuvé)	31 ± 4	1,24 ± 0,01	5660 ± 125	64 ± 3	3,1 ± 0,5	4561 ± 101	52 ± 2
C15 (étuvé 40°C)	37 ± 4	1,21 ± 0,02	5731 ± 469	59 ± 5	3,6 ± 0,5	4724 ± 302	49 ± 4
C16 (étuvé 105°C)	37 ± 4	1,18 ± 0,04	5207 ± 75	62 ± 2	2,6 ± 0,2	4416 ± 64	53 ± 2

Tableau 4.7. Caractéristiques mécaniques de composites chanvre/époxy $[+45/-45]_7$ non étuvés, étuvés à 40°C ou 105°C.

Les rigidités et les contraintes maximales atteintes par les composites $[+45/-45]_7$ pour différents étuvages sont identiques. Seules les déformations à rupture sont moins importantes dans le cas de composites étuvés à 105°C. Lors des cycles de cuisson des composites réalisés par moulage sous pression, les renforts sont soumis à des températures importantes allant jusqu'à 100°C. Un étuvage préalable des tissus à une température supérieure à la température de polymérisation permettrait peut

être d'éviter un rejet d'eau de la part des tissus lors du processus de cuisson. Cependant, l'analyse calorimétrique réalisée sur les composites chanvre/époxy n'a pas permis de déceler la présence d'eau rejetée lors du cycle de cuisson. Aucune conséquence sur les températures de transition vitreuse dans les composites testés n'a été détectée (Tableau 4.8), le taux de réticulation de la matrice est donc identique pour des composites étuvés ou non étuvés.

Matériau	Tg(°C)
C14 (non étuvé)	89 ± 3
C15 (étuvé à 40°C)	84 ± 3
C16 (étuvé à 105°C)	87 ± 3

Tableau 4.8. Analyse calorimétrique de composites chanvre/époxy étuvés ou non.

Par ailleurs, les courbes caractéristiques de l'évolution du paramètre d'endommagement d ainsi que celle du nombre cumulé d'évènements acoustiques sont identiques pour les composites présentant différentes températures d'étuvage de renforts. De plus, les observations microstructurales des faciès de rupture n'ont pas permis de détecter de différences dans le processus de rupture ou dans l'architecture mésoscopique des composites. L'étude expérimentale de l'influence des traitements thermiques des renforts sur le comportement des composites conduit donc à conclure qu'une absence d'étuvage des renforts semble être la solution la plus adaptée aux composites chanvre/époxy tant au niveau énergétique que mécanique.

II.2. Influence des traitements chimiques du renfort sur le comportement mécanique des composites

La qualité de l'interface fibre/matrice dans les composites dépend notamment de la compatibilité fibre/matrice. Plus particulièrement, les fibres végétales sont souvent traitées pour optimiser la mouillabilité de la résine et l'ancrage mécanique. Notamment, le traitement alcalin des fibres naturelles induit des modifications de la composition chimique des fibres, de leur indice de cristallinité, de l'orientation et du degré de polymérisation des fibres.

Dans cette étude, deux traitements des tissus de chanvre ont été mis en place, un traitement à l'hydroxyde de sodium ainsi qu'un traitement couplé «hydroxyde de sodium + peroxyde d'hydrogène». Le traitement à l'hydroxyde de sodium consiste à plonger les tissus dans 1L d'une solution d'hydroxyde de sodium de concentration volumique 25g/L à 90°C durant 20min, puis à rincer à l'eau claire jusqu'à neutralité des tissus. Ensuite, un étuvage à 40°C durant 4 jours a été réalisé.

Pour le traitement «hydroxyde de sodium + peroxyde d'hydrogène», les tissus sont placés dans une solution basique de peroxyde d'hydrogène (25 g d'hydroxyde de sodium dans 1 L de peroxyde

d'hydrogène à 30 wt%), puis rincés à l'eau claire jusqu'à neutralité des tissus, enfin un étuvage à 40°C durant 4 jours est réalisé.

II.2.1 Comportement mécanique

L'influence des traitements chimiques sur le comportement mécanique des fils a été étudiée et les résultats sont présentés dans le Tableau 4.9.

Fils	traitement	Φ (µm)	densité D	E (MPa)	σ_{max} (MPa)	ε_{rupt} (%)
F5	Aucun	305 ± 60	1,14	10000 ± 2500 (Laplace-Gauss)	191± 38 (Weibull)	2,1 ± 0,2 (Weibull)
F5-t1	NaOH (2,4 wt %)	351± 38	0,86	3898 ± 1151	181 ± 55	3,9 ± 0,2
F5-t2	NaOH+H_2O_2 (NaOH : 2,2 wt %) (H_2O_2 : 26 wt%)	339 ± 26	0,92	1402 ± 639	52 ± 11	3,7 ± 0,4

Tableau 4.9. Caractéristiques des fils de chanvre pour différents traitements chimiques.

Les résultats montrent une diminution importante des caractéristiques mécaniques des fils de chanvre traités. La diminution la plus importante étant due au traitement «NaOH+ H_2O_2». En effet, le module d'Young des fils de type F5 est de 10000 ± 2500 MPa contre 3898 ± 1151 MPa pour le traitement NaOH et 1402 ± 639 MPa pour le traitement «NaOH+ H_2O_2». De même, la contrainte maximale des fils de type F5 est de 191± 38 MPa contre 181 ± 55 MPa pour le traitement NaOH et 52 ± 11MPa pour le traitement «NaOH+ H_2O_2». Dans la bibliographie, Mwaikambo et al. [18] ont montré que le module d'Young et la contrainte à rupture des faisceaux de fibres augmentent après un traitement alcalin jusqu'à une concentration de 0,2 wt% NaOH puis diminuent. Ces résultats sont confirmés par les travaux de Park et al. [129] qui ont constaté une diminution du module d'Young des fibres de chanvre après des traitements alcalins avec une solution de soude à 0,5 wt%. Dans notre étude, les traitements à l'hydroxyde de sodium de concentration volumique 25g/L correspondent à une fraction massique de 2,4 wt%. La diminution des caractéristiques mécaniques est donc cohérente avec les résultats de la littérature. De plus, les traitements « hydroxyde de sodium et peroxyde d'hydrogène» sont plus sévères que les traitements à l'hydroxyde de sodium seul, il est donc logique d'obtenir une diminution plus importante des caractéristiques mécaniques. Par ailleurs, la déformation à contrainte maximale atteinte est plus importante sur les fils traités (2,1 ± 0,2 % pour les fils de type F5 contre 3,7 ± 0,4 % pour les fils traités). Cette différence suggère une modification de la structure pariétale des fibres. En effet, les études ont montré que le traitement alcalin des fibres de chanvre induit une perte de masse qui correspond en majorité à la solubilisation des hémicelluloses ainsi qu'à l'élimination partielle de la lignine et d'autres constituants mineurs des fibres [18,125-126]. Notamment, l'élimination de la lignine rend la lamelle moyenne plus plastique [18] ce qui pourrait expliquer la déformation à rupture

plus importante. Dans leurs travaux, Mwaikambo et al. [18] ont d'ailleurs également constaté une déformation à rupture plus importante des faisceaux de fibres traités expliquée par une plastification de la cellulose dans la paroi cellulaire causée par la présence de molécules d'eau dans la structure dégradée de la paroi cellulaire.

Pour analyser les conséquences de ces variations sur le comportement mécanique des composites, des essais de traction sur composites chanvre/époxy $[+45/-45]_7$ ont donc été menés pour les deux traitements chimiques. Les matériaux composites chanvre/époxy utilisés dans cette étude sont répertoriés dans le Tableau 4.10

Composites	Renfort	Traitement des renforts	Grammage (g/m²)	Densité du composite D	v_f (%)
C14	T5b	Aucun	193 ± 1	1,240 ± 0,010	31 ± 4
C15	T5-40	Aucun	199 ± 1	1,210 ± 0,020	37 ± 4
C18	T5-40	NaOH (2,4 wt %)	184 ± 1	1,227 ± 0,006	29 ± 4
C19	T5-40	NaOH + H_2O_2 (NaoH : 2,2 wt %) (H2O2 : 26 wt%)	213 ± 1	1,210 ± 0,020	38 ± 4
C22	T6	Aucun	267 ± 1	1,240 ± 0,010	43 ± 4
C23	T6	NaOH	267 ± 1	1,310 ± 0,020	37 ± 4

Tableau 4.10. Caractéristiques physiques des composites chanvre/époxy étudiés.

Les courbes contrainte-déformation sont présentées en Figure 4.37. Les taux volumiques de fibres n'étant pas comparables, la Figure 4.38 présente les caractéristiques mécaniques spécifiques des différents composites testés.

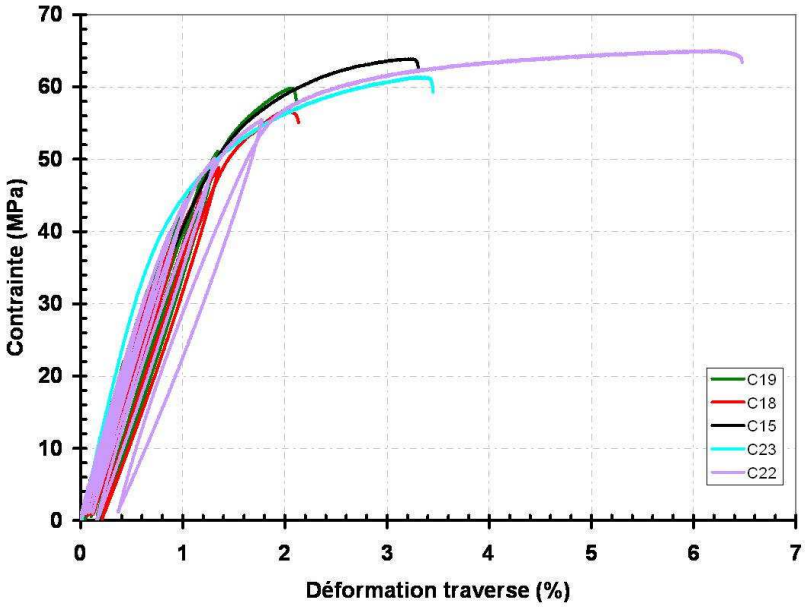


Figure 4.37: Comparaison des courbes de traction contrainte σ_{xx}/ Déformation ε_{xx} de composites chanvre/époxy $[+45/-45]_7$ traités et non traités.

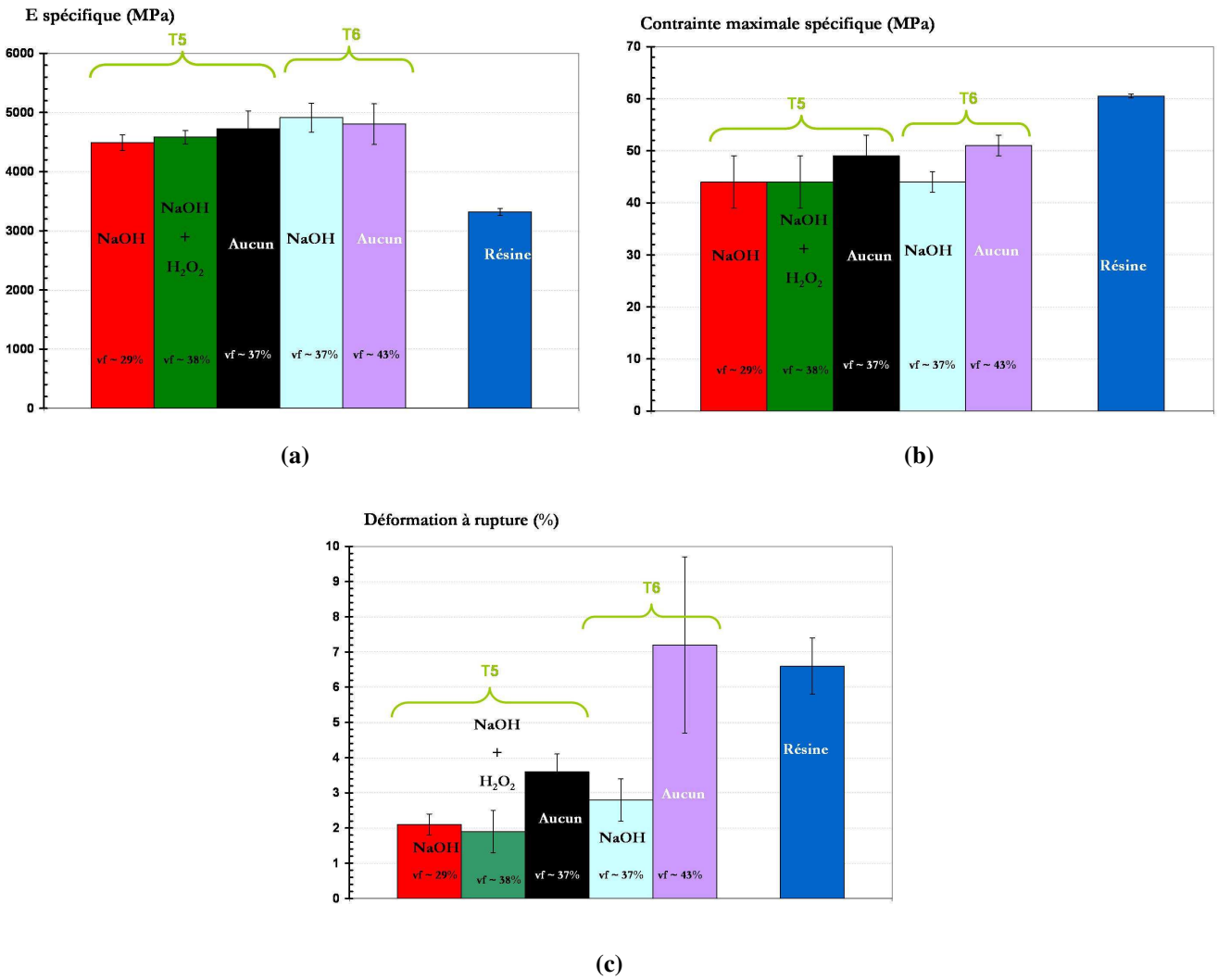


Figure 4.38: Modules spécifiques E_{45} (a) contrainte maximale spécifique (b) et déformation à rupture (c) de composites chanvre/époxy $[+45/-45]_7$ traités et non traités. Comparaison avec la résine époxy seule.

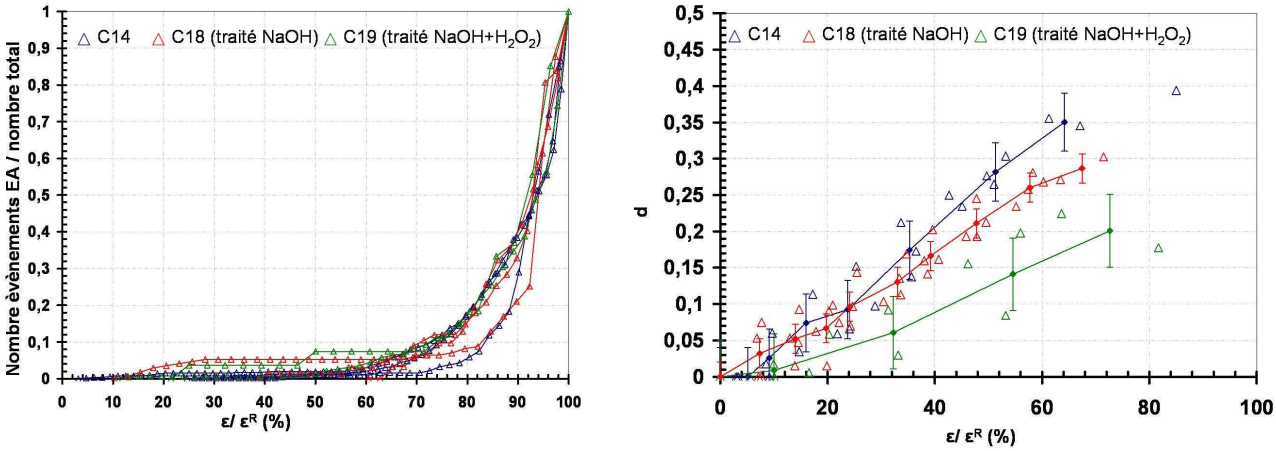
Pour les deux types de renfort T5 et T6, malgré les diminutions importantes des caractéristiques mécaniques des renforts causées par les traitements, les modules E_{45} et les contraintes maximales spécifiques atteintes par les composites traités sont similaires à celles des composites non traités. Et, contrairement aux constatations faites sur les fils qui montraient une déformation plus importante des fils après traitement, les composites réalisés avec les renforts traités se déforment beaucoup moins. Dans la littérature, très peu d'études présentent les conséquences du traitement alcalin sur les propriétés mécaniques des composites à fibres longues naturelles. Les travaux de Van de Weyenberg et al. [124] sur des composites lin/époxy traités avec des solutions de soude de 1 wt% à 3 wt% ont montré que les traitements alcalins augmentaient les propriétés longitudinales et transverses en flexion des composites.

Dans nos travaux, deux hypothèses distinctes ont été formulées pour expliquer ces constatations. Le traitement a été effectué sur les tissus. La première hypothèse consiste donc à supposer qu'il n'y a pas de modification des caractéristiques mécaniques des composites car les fibres n'ont pas été dégradées

par les traitements. Cependant, les déformations à rupture plus importantes dans les fils traités semblent bien indiquer une modification de la structure des fibres liées aux traitements. La seconde hypothèse consiste à considérer que le module et la contrainte maximale sont conservés malgré la dégradation des caractéristiques des fils car les traitements ont induit une amélioration de l'interface fibre/matrice. Des analyses du processus d'endommagement dans ces matériaux ainsi que du comportement de l'interface fibre/matrice ont donc été menées pour vérifier ces hypothèses.

II.2.2 Analyse du développement des endommagements.

L'influence du traitement des tissus sur l'évolution de l'endommagement dans les composites chanvre/époxy a été étudiée grâce à l'analyse des essais de traction instrumentés par émission acoustique pour les composites chanvre/époxy $[+45/-45]_7$ à renfort T5. Les résultats sont présentés en Figure 4.39a. De plus, des essais de traction à chargements répétés progressifs réalisés sur ces matériaux ont également permis de suivre l'évolution de leur perte de rigidité. La Figure 4.39b présente une comparaison des évolutions de l'indicateur d'endommagement d.



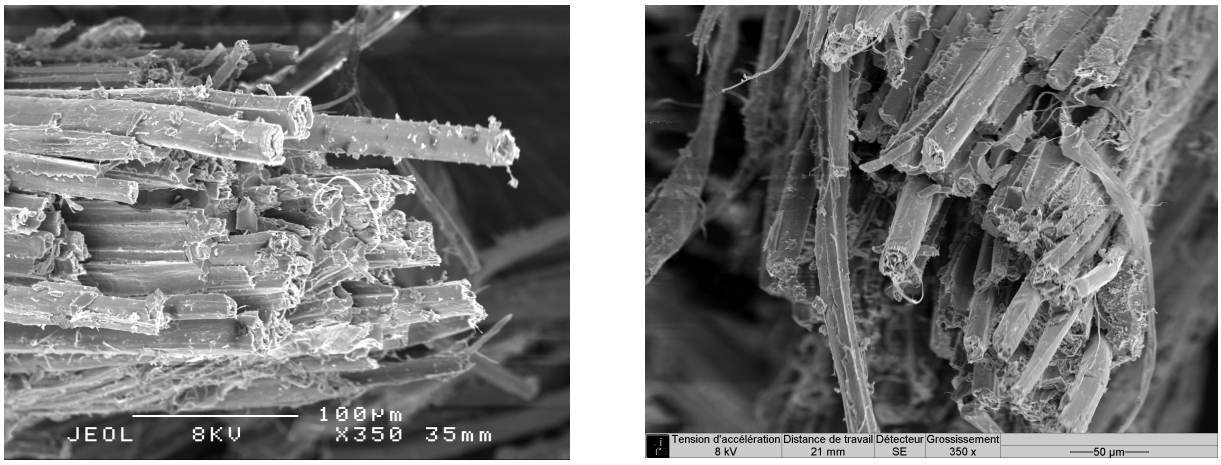
(a) **(b)**

Figure 4.39: Nombre cumulé d'évènements acoustiques (a) et évolution du paramètre d'endommagement d (b) en fonction du pourcentage de déformation à rupture dans les composites chanvre/époxy à renfort T5 traités et non traités.

La Figure 4.39a présente la courbe du nombre cumulé d'évènements acoustiques pour le composite à renfort T5 non traité ainsi que pour les deux traitements présentés précédemment. Pour ces trois matériaux, les courbes du nombre cumulé d'évènements acoustiques se confondent, il n'est pas possible de distinguer l'influence des traitements sur ce type de courbe. Au contraire, la courbe de l'évolution du paramètre d'endommagement d en fonction du pourcentage de déformation à rupture montre des allures bien différentes (Figure 4.39b). Le seuil d'endommagement est le même pour les trois types de composites, entre 7% et 10% de la déformation à rupture. Cependant la cinétique de perte de rigidité est plus importante dans les composites chanvre/époxy non traités que dans les composites traités. Par exemple, pour une valeur de 32,2 % de la déformation à rupture, le paramètre

d'endommagement atteint une valeur de 0,061 pour les composites C19 (traités $NaOH+H_2O_2$), de 0,128 pour les composites C18 (traités NaOH) et de 0,151 pour les composites non traités (C14). Cette différence est encore plus marquée pour des plus forts taux de déformation à rupture. Or, les taux volumiques de fibres de ces matériaux sont différents et varient de 29% pour C18, 31% pour C14 à 38% pour C19. L'analyse précédemment menée sur des composites à fibres de chanvre non traitées a montré une perte de rigidité similaire pour des taux volumique de fibres 31% et 37% (Figure 3.37). Les résultats obtenus pour les composites traités semblent donc indiquer une amélioration de l'interface fibre/matrice dans les composites traités qui permettrait de retarder le développement de l'endommagement et explique les pertes de rigidités moins importantes dans les composites traités que dans les fils seuls traités.

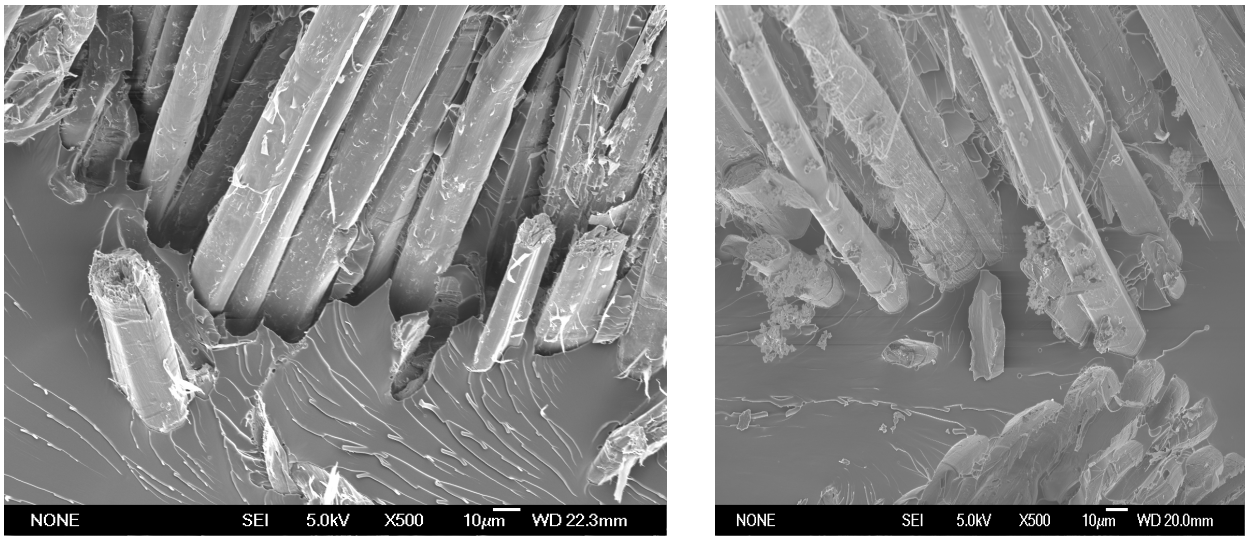
Des observations microstructurales ont également été effectuées sur les différents matériaux testés. Localement, ces observations montrent que, dans les composites traités ou non traités, les imprégnations des fils semblent similaires, avec des états de surface des fibres semblables (Figure 4.40).



(a) C15 **(b) C23**

Figure 4.40: Faciès de rupture observés au microscope électronique à balayage, composites chanvre/époxy $[+45/-45]_7$: a)non traités, b) traités « NaOH».

Cependant, dans les composites non traités des décohésions fibre/matrice quasi systématiques à la base des fibres ont été observées (Figure 4.41), alors que ce type d'endommagement est plus rarement détecté dans les composites traités à l'hydroxyde de sodium pour un même type de renfort T5 et presque inexistant dans les composites traités «hydroxyde de sodium + peroxyde d'hydrogène» à renfort T6 (Figure 4.41).



(a) **(b)**

Figure 4.41: Faciès de rupture observés au microscope électronique à balayage, composites chanvre/époxy $[+45/-45]_7$: a)non traités, b) traités « NaOH +H_2O_2 ».

Il faut noter, cependant que ces observations ont été réalisées sur deux grammages différents. Il semblerait tout de même que les traitements alcalins contribuent à renforcer la compatibilité de la fibre et de la résine. Une étude plus particulière du comportement de l'interface a donc été menée sur les composites chanvre/époxy renforcés par des tissus traités par «hydroxyde de sodium + peroxyde d'hydrogène».

II.2.3 Analyse de l'interface fil/matrice

De la même manière que pour les composites non traités, des essais de fragmentation ont été réalisés sur des éprouvettes monofilamentaire chanvre/époxy avec un fil traité NaOH+H_2O_2. Ces essais ont permis d'obtenir des informations sur la liaison fil traité imprégné/matrice. Les différentes longueurs de fragments ont été déterminées grâce à la procédure précédemment explicitée (Figure 4.8), les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau 4.11.

Eprouvettes	L frag (mm)			
DC-0-1 traité	1,26	1,4	1,26	1,38
DC-0-2 traité	2	2,43		1,84
DC-0-3 traité	1,87	2,44		2,05

Tableau 4.11. Longueurs de fragments mesurées au microscope optique sur des éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy traitées « NaOH +H_2O_2 » de type double congés.

Les résultats montrent une longueur moyenne des fragments à saturation plus faible pour les éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy traitées « NaOH + H_2O_2 » (1,3 mm contre 1,9 mm pour les éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy non traitées (Figure 4.9)).

Les paramètres à rupture de l'interface ont été calculés pour les composites chanvre/époxy avec un fil ayant subi un traitement «hydroxyde de sodium + peroxyde d'hydrogène». Pour cela, la même procédure basée sur l'approche en contrainte formulée par Kelly-Tyson a été utilisée pour le calcul de la contrainte critique de cisaillement interfacial. Les résultats sont présentés dans le Tableau 4.12.

Eprouvettes	Données d'entrées				Grandeurs calculées	
	l_c/ϕ	$m_{\sigma 0}$	ϕ (µm)	σ_{fil} (MPa)	σ_{lc} (MPa)	IFSS (MPa)
DC-0 non traité	8,4	3,1	305 ± 60	191± 38	354	21
HAL-0 non traité	8,4				354	21
Traité $NaOH + H_2O_2$ (DC)	5,2		339 ± 26	52± 11	111	11

Tableau 4.12. Paramètres à rupture de l'interface déterminés à partir d'essais de fragmentation sur des éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy traitées et non traitées.

Le paramètre (l_c/ϕ) déterminé à saturation lors du processus de fragmentation est plus faible dans le cas des fils traités : 5,2 pour les composites traités contre 8,4 pour les composites non traités. Cela suggèrerait une contrainte critique de cisaillement interfacial plus élevée dans les composites traités. Cependant, d'après l'étude expérimentale de l'influence des traitements sur les propriétés mécaniques des renforts, dans le cas du traitement «hydroxyde de sodium + peroxyde d'hydrogène», la contrainte maximale du fil est de 52 ± 11 MPa contre 191 ± 38 pour un fil non traité. Si cette diminution de contrainte est prise en compte, la contrainte critique de cisaillement interfacial des composites monofilamentaire traités est de 10,65 MPa contre 21,05 MPa pour un composite monofilamentaire chanvre non traité. Si, par contre, le traitement avait permis une conservation de la valeur de la contrainte maximale du fil, la valeur de la contrainte critique de cisaillement interfacial atteindrait 39,14MPa ce qui correspond aux données bibliographiques obtenues pour des composites verre/époxy. Il pourrait donc être intéressant dans des travaux futurs de réaliser ce traitement chimique avec des doses plus faibles afin de conserver la contrainte maximale du fil.

Pour affiner l'étude de la liaison fil traité imprégné/matrice, des essais sur éprouvettes monofilamentaires à 90° avec des fils traités ont également été réalisés. Au cours de ces essais, la technique de corrélation d'images numériques a été utilisée pour mesurer les champs de déplacements sur la tranche de l'échantillon. La zone d'étude a été maillée tous les 25 pixels avec une fenêtre de corrélation de 50x50 pixels² ce qui correspond à un point de mesure tous les 60,9µm avec une fenêtre de corrélation de 122 x122µm². Les cartographies du champ de déformations obtenues pour différentes valeurs du pourcentage de déformation à rupture dans le cas d'un composite traité sont présentées en Figure 4.42. Les différentes cartographies obtenues pour les champs de déformation ε_{11}

et ε_{12} sont présentées en Annnexe VI et comparées à celles obtenues pour le composite monofilamentaire avec fil de chanvre non traité.

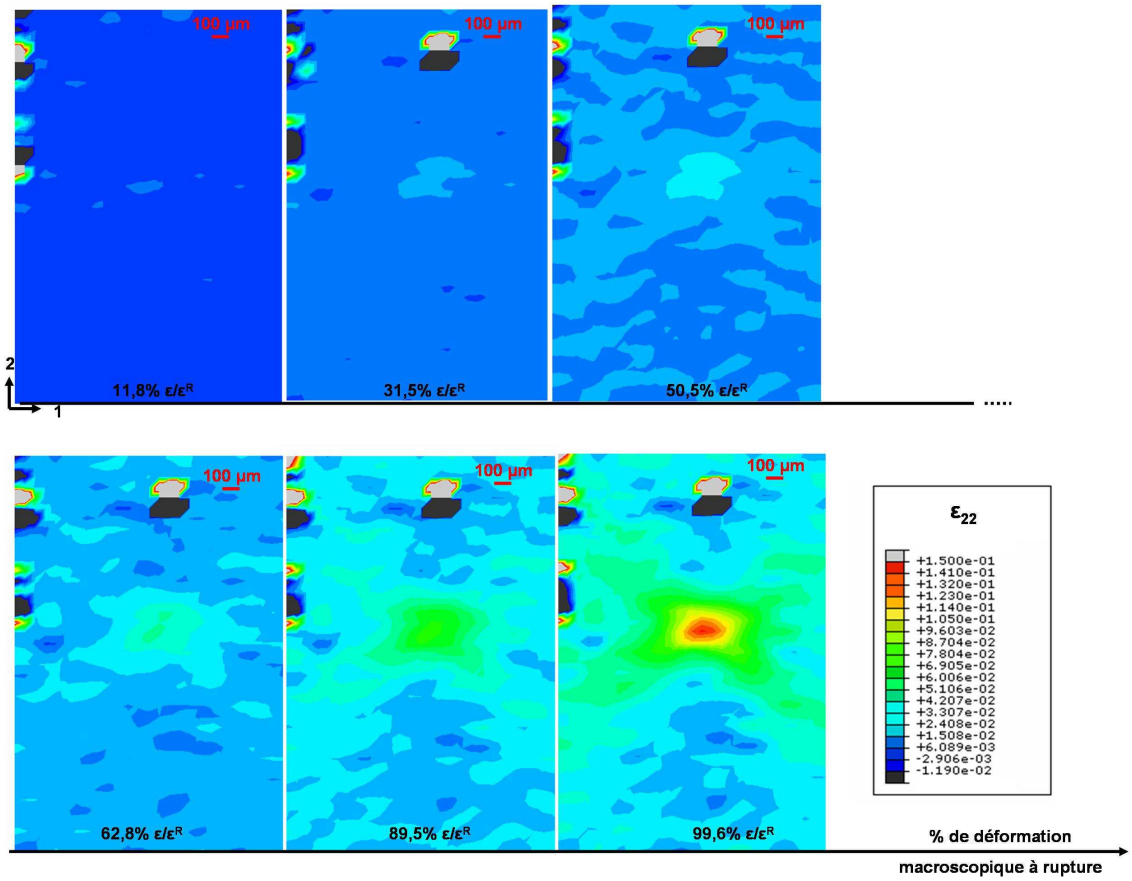


Figure 4.42: Cartographies du champ de déformation ε_{22} obtenues par corrélation d'images sur la tranche d'une éprouvette haltère mofofilamentaire chanvre/époxy à 90° traitée NaOH + H_2O_2 sollicitée en traction.

Les cartographies du champ de déformation ε_{22} obtenues sur les éprouvettes monofilamentaires à 90° traitées montrent quelques zones de points non corrélés dont il ne faut pas tenir compte (zones noires et blanches). Au fur et à mesure que l'essai avance, le développement de zones elliptiques au voisinage du fil, comparables à celles détectées sur les composites non traités, sont visibles. Ces résultats ont également été comparés aux résultats obtenus sur le fil non traité pour un chemin traversant le cœur du fil ainsi que pour différents points suivis durant l'essai. La Figure 4.43 montre une représentation schématique du chemin et des sept points choisis dans l'éprouvette monofilamentaire traitée, deux points ont été choisis dans la matrice r1 et r2, trois points au cœur du fil f1, f2 et f3 et trois points pour représenter l'interface fil/matrice i1,i2 et i3.

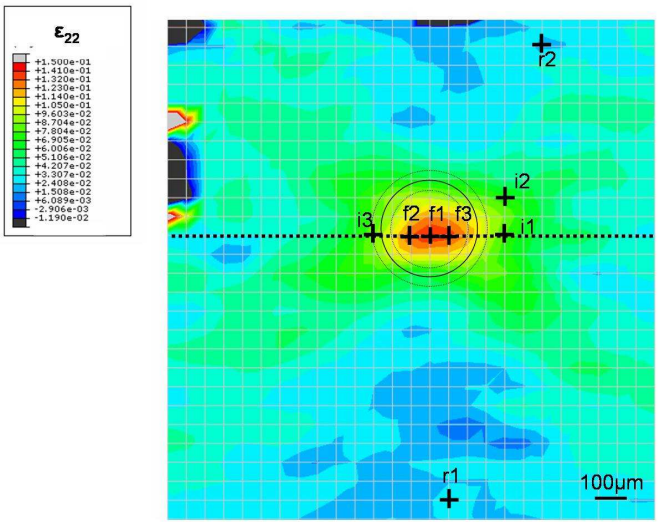


Figure 4.43: Représentation schématique des points et du chemin choisis pour le dépouillement des résultats de corrélation d'images sur éprouvette monofilamentaire chanvre/époxy à 90° traitée.

La Figure 4.44 présente la déformation ε_{22} à différents niveaux de la déformation à rupture de l'éprouvette mesurée sur le chemin traversant le fil. Sur cette figure, les résultats obtenus pour les éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy traitées « $NaOH+H_2O_2$ » et non traitées sont comparés.

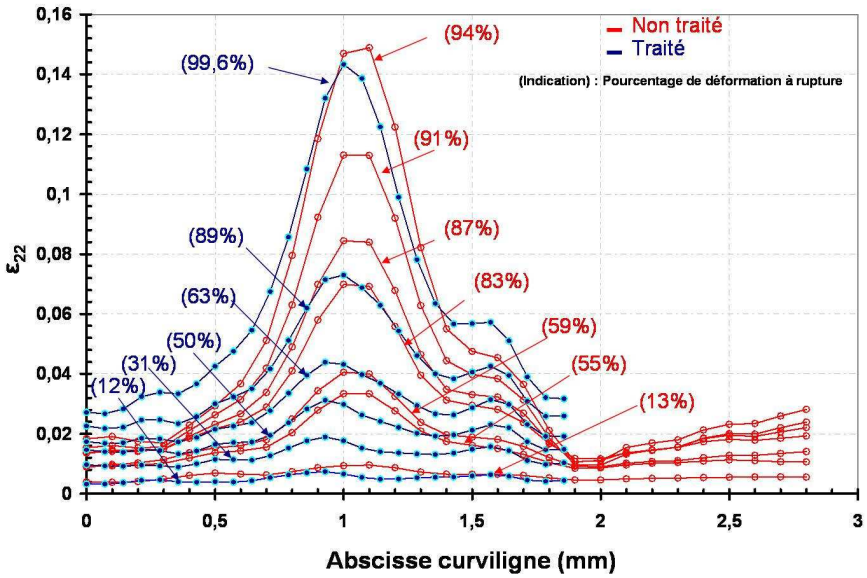
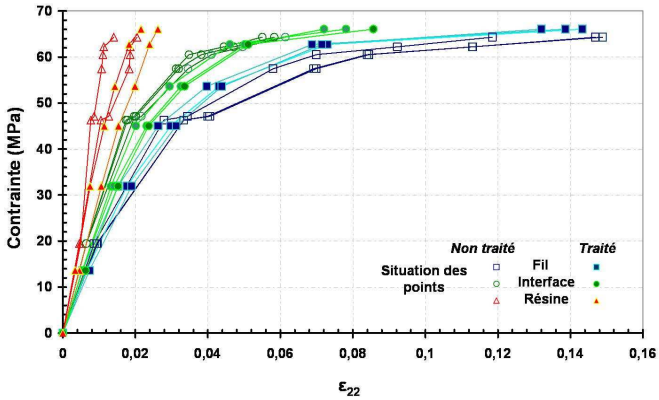


Figure 4.44: Déformation ε_{22} mesurée par corrélation d'images le long du chemin traversant le fil dans des éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy traitées $NaOH+H_2O_2$ ou non traitées.

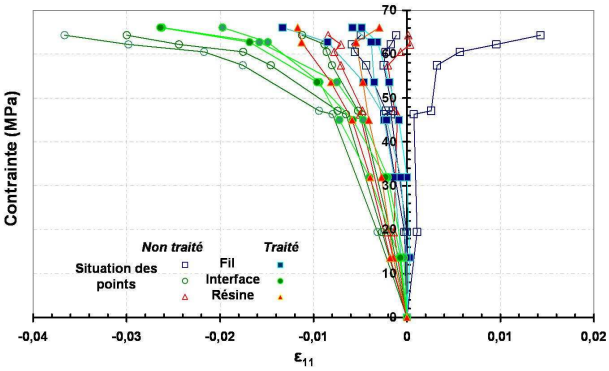
Les résultats montrent que la présence du fil est détectée au même moment dans les deux matériaux. Le gradient de déformation constaté précédemment sur le fil est présent dans les deux matériaux et s'accentue avec l'augmentation du pourcentage de la déformation à rupture. La plus grande valeur de

la déformation est détectée au centre du fil pour des valeurs similaires compte tenu des dispersions de mesure.

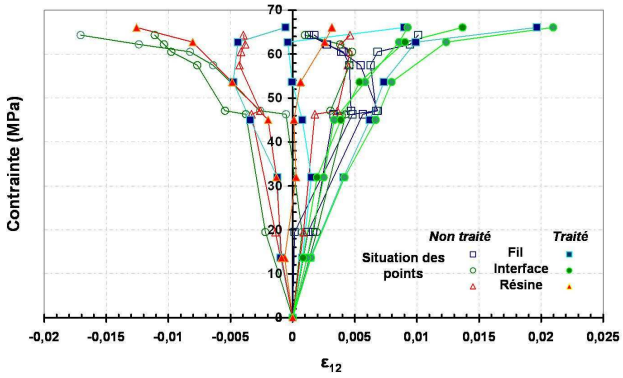
La Figure 4.45 compare la courbe des déformations ε_{22}, ε_{11}, ε_{12} aux différents points choisis, en fonction de la contrainte macroscopique, pour les éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy traitées et non traitées.



(a)



(b)



(c)

Figure 4.45: Suivi, par corrélation d'images, des courbes contrainte macroscopique – déformation locale en différents points au voisinage de l'interface fil/matrice lors d'un essai de traction sur éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy à 90° traitées NaOH+H_2O_2 ou non traitées.

Dans la direction de traction (Figure 4.45a), les points situés dans la résine, à l'interface et dans le fil présentent des évolutions de la déformation ε_{22} similaires pour les deux matériaux. La faible supériorité de la déformation dans les composites traités provient sans doute du fait que les derniers points se situent à 99,6 % de la déformation à rupture pour les composites traités contre 94 % pour les composites non traités. Compte tenu de la dispersion, l'ensemble de ces résultats montrent donc que le traitement chimique « NaOH+H_2O_2 » induit des champs de déformations ε_{22}, ε_{11} et ε_{12} similaires à ceux obtenus sur l'éprouvette chanvre/époxy non traitée dans les points du fil, de la résine et de l'interface fil/matrice.

Les traitements thermiques des renforts n'ont pas induit de modifications des caractéristiques mécaniques des composites ou de leur comportement face au développement de l'endommagement. Les analyses menées sur deux traitements : hydroxyde de sodium et « hydroxyde de sodium+ peroxyde d'hydrogène» ont montré une augmentation de la résistance des composites à la perte de rigidité sous charge, surtout dans le cas du traitement couplé. Les tests de fragmentation réalisés sur des éprouvettes monofilamentaires traitées à «l'hydroxyde de sodium+ peroxyde d'hydrogène» ont montré que la longueur critique des fragments à saturation est diminuée. Toutefois les mesures des champs de déformations à l'interface fil/matrice effectuées sur des éprouvettes monofilamentaires à 90° n'ont pas permis de montrer des différences entre les fils traités à «l'hydroxyde de sodium+ peroxyde d'hydrogène» et non traités. Afin de pouvoir entrer en compétition avec les fortes valeurs de la contrainte critique de cisaillement interfacial des composites verre/époxy, les résultats suggèrent de choisir des traitements des renforts chanvre ne provoquant pas de diminution de la contrainte maximale des renforts. Il serait alors intéressant de pouvoir caractériser les modifications des propriétés transverses du fil induites par les traitements afin d'analyser plus finement les résultats de la technique de mesure des déformations par corrélation d'images.

Bilan sur la caractérisation et l'optimisation de l'interface fibre/matrice dans les composites chanvre/époxy.

L'optimisation de l'interface fibre/matrice dans les composites à renforts fibres naturelles est nécessaire pour permettre aux fibres naturelles de remplacer les fibres synthétiques en tant que renfort dans les matériaux composites. Cette optimisation ne peut être réalisée sans une caractérisation fine de l'interface fibre/matrice. En première approche, l'un des indicateurs de la qualité de l'interface est la contrainte critique de cisaillement interfacial. L'étude expérimentale réalisée s'appuie sur des essais de fragmentation transposés à une échelle différente pour évaluer la liaison fil imprégné/matrice. Les résultats ont montré une contrainte critique de cisaillement interfacial plus faible dans les composites monofilamentaires chanvre/époxy que dans les composites verre/époxy. Les simulations numériques de tests de fragmentation sur éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy ont montré que la simulation du transfert de charge à l'interface fil/matrice par frottement tangentiel permet d'obtenir

une estimation conservative de la contrainte critique de cisaillement interfacial. Ces simulations peuvent être utilisées pour faciliter le travail d'optimisation et participent à la compréhension du transfert de charge entre le fil de chanvre et la matrice époxy. La technique de photoélasticimétrie vient enrichir cette compréhension grâce à l'observation de plusieurs ordres de franges isochromes. Ces franges caractérisent un transfert de charge dans la matrice à 45° par rapport à la direction de sollicitation. Cette compréhension a été renforcée par des mesures par corrélation d'images numériques réalisées sur la tranche d'éprouvettes monofilamentaires à 90°. Les lois de comportement de points situés dans le fil, dans la résine et à l'interface fil/matrice ont ainsi pu être déterminées expérimentalement et pourront constituer une base d'amélioration de la simulation numérique proposée. Les techniques développées dans cette étude, notamment la photoélasticimétrie et la mesure des déformations par intercorrélation d'images numériques ont permis de répondre partiellement à la problématique de caractérisation de la liaison fil imprégné/matrice. La technique de mesure des déformations par intercorrélation d'images numériques a été utilisée dans une configuration particulière, pour une sollicitation transverse au fil. Il serait intéressant de comparer les résultats de cette étude à des résultats issus de cette même technique dans une configuration de sollicitation parallèle au fil, ce qui nécessiterait la fabrication d'éprouvettes monofilamentaires plus spécifiques. Les premiers essais d'optimisation avec des traitements thermiques et chimiques des renforts ont montré que les traitements chimiques testés permettent d'augmenter la résistance des composites à la perte de rigidité sous charge, surtout dans le cas du traitement couplé. Ces résultats suggèrent de poursuivre ce type de traitement alcalin en choisissant cependant des traitements ne provoquant pas de diminution de la contrainte maximale des renforts afin d'atteindre une contrainte critique de cisaillement interfacial élevée.

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Dans un contexte actuel de plus en plus axé sur la prise en compte des impacts environnementaux, les fibres naturelles peuvent constituer une alternative intéressante aux fibres de verre. Cependant, il existe de nombreux verrous techniques à leur utilisation en tant que renfort dans les composites. La reproductibilité de leurs caractéristiques physiques et mécaniques est faible. Peu d'études traitent de la réponse des composites à fibres naturelles face à l'endommagement. Les renforts longs tels que les fils ou les tissus qui pourraient constituer des solutions compétitives ne sont que très peu étudiés. De plus, la compatibilité entre la matrice hydrophobe et les fibres hydrophiles reste très délicate.

Pour tenter de répondre aux nombreuses problématiques posées par l'utilisation des fibres naturelles en tant que renfort dans les matériaux composites, trois thèmes majeurs ont été abordés dans ce travail : la caractérisation microstructurale et mécanique de chacune des différentes échelles qui composent les composites à renfort tissu de chanvre, de lin et de verre, l'analyse des mécanismes d'initiation et de développement des endommagements dans les composites verre/époxy, lin/époxy et chanvre/époxy et la caractérisation de l'interface fibre/matrice et de la liaison fil imprégné/matrice époxy dans les composites chanvre/époxy. A chaque étape, les essais mécaniques menés et leurs instrumentations ont été adaptés pour répondre aux difficultés inhérentes à chaque matériau.

La microstructure des différents matériaux a été étudiée au moyen d'analyses calorimétriques et de mesures de densité couplées à des observations microscopiques. Ces analyses ont révélé la complexité de la microstructure des fibres naturelles. Des analyses statistiques ont permis d'évaluer les propriétés mécaniques des faisceaux de fibres et des fils de chanvre, de lin et de verre et de quantifier leurs variabilités. Ces données ont alimenté un modèle analytique permettant d'obtenir une estimation des caractéristiques mécaniques des composites en partant des propriétés des constituants élémentaires de la fibre : la cellulose, la lignine et l'hémicellulose. Pour analyser les mécanismes d'endommagement dans les matériaux étudiés, des observations microscopiques ont été couplées à la technique d'émission acoustique et au suivi de la perte de rigidité. Une première approche macroscopique a notamment confirmé la progression plus rapide de l'endommagement dans les composites chanvre/époxy $[0/90]_7$ et $[-45/+45]_7$ que dans leurs équivalents en composite verre/époxy pour un même taux volumique de fibres. En ce qui concerne les composites lin/époxy $[0/90]_7$, aucune différence significative n'a été détectée avec les composites chanvre/époxy. Dans les composites chanvre/époxy $[-45/+45]_7$, l'initiation de l'endommagement semble plus précoce et la perte de rigidité est plus importante que dans les composites lin/époxy $[-45/+45]_7$ à taux volumique de fibres équivalent. Une seconde approche microscopique a permis d'identifier trois modes d'endommagement principaux isolés par leurs amplitudes caractéristiques: les phénomènes matriciels, les phénomènes interfaciaux, et les phénomènes liés au renfort. Cette approche a permis de retranscrire les scénarios de l'évolution des endommagements dans les composites verre/époxy et chanvre/époxy. Les conclusions ont notamment mis en évidence que la majorité des endommagements correspond à des dégradations

de l'interface fibre/matrice. De plus, les résultats ont montré qu'il n'existe pas de lien direct entre les deux indicateurs d'endommagement étudiés par les méthodes d'émission acoustique et de suivi de la perte de rigidité. La caractérisation de la liaison fil imprégné/matrice dans les composites chanvre/époxy a été réalisée en développant des éprouvettes et des essais spécifiques. Le transfert de charge dans la matrice époxy a été caractérisé grâce à l'observation de franges isochromes au moyen de la technique de photoélasticimétrie. Les lois de comportement de points situés dans le fil, dans la matrice et à l'interface fil/matrice lors d'une sollicitation transverse au fil ont été identifiées en réalisant des mesures par corrélation d'images numériques sur la tranche d'éprouvettes monofilamentaires. Ces données contribuent à la compréhension des mécanismes complexes qui régissent la liaison fil imprégné/matrice. De plus, les résultats de l'étude expérimentale ont montré une contrainte critique de cisaillement interfacial plus faible dans les composites chanvre/époxy que dans les composites verre/époxy. Grâce à la prise en compte du frottement tangentiel, les simulations numériques de ces tests de fragmentation ont fourni une estimation correcte de cette grandeur sur éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy. Les premiers essais d'optimisation concernant des traitements thermiques et chimiques des renforts suggèrent de poursuivre les traitements alcalins en ajustant les fractions massiques pour éviter la diminution de la contrainte maximale des renforts tout en permettant une augmentation de la compatibilité fibre/matrice. Les simulations numériques développées, qui participent à la compréhension du transfert de charge entre le fil de chanvre et la matrice époxy, peuvent servir de base pour faciliter ce travail d'optimisation.
Ce travail a également permis d'isoler des données techniques qui permettraient d'améliorer la compétitivité avec les fibres synthétiques. Une alimentation hydrique limitante des fibres de chanvre utilisées en tant que renfort dans les matériaux composites semble recommandée. De plus, l'étude comparative des caractéristiques mécaniques des composites chanvre/époxy et verre/époxy $[0/90]_7$ a montré que pour le module d'Young, le domaine de concurrence se situe pour un même taux massique de fibres, inférieur à 40%. Ce résultat devra bien sûr être validé, dans un contexte industriel, à l'échelle de la structure en situation de sollicitation.

Ce travail ouvre également des perspectives d'exploration intéressantes. Par exemple, pour permettre une meilleure approche des propriétés mécaniques des composites par le modèle analytique développé, il serait intéressant de connaître la composition chimique exacte des fibres utilisées. Par ailleurs, pour poursuivre l'analyse de la liaison fil imprégné/matrice, une étude comparative pourrait être menée en appliquant les essais de fragmentation développés dans cette étude à des composites monofilamentaires verre/époxy. Et les développements construits grâce à la technique de mesure de déformation par intercorrélation d'images numériques pourraient être mis en place sur des éprouvettes verre/époxy similaires à celles élaborées en chanvre/époxy. Pour enrichir la simulation numérique du processus de fragmentation, la technique de mesure de déformation à l'interface fil/matrice par corrélation d'images numériques pourrait être développée dans le cas d'une configuration de

sollicitation parallèle au fil. Ce travail, qui permettrait d'approfondir la compréhension des mécanismes de transfert de charge, nécessiterait la conception d'éprouvettes spécifiques. D'autre part, d'autres traitements des fibres pourraient être testés. La technique de tomographie pourrait également être utilisée pour observer la microstructure et les endommagements des composites traités et non traités. Des aprofondissements autour de cette technique pourraient être réalisés pour évaluer l'influence exacte des traitements choisis sur la structure pariétale des fibres.

Enfin, il serait intéressant de s'affranchir de la structure hélicoïdale des fils. Pour cela, des composites à renforts longs ou à renforts tissus dont les composants élémentaires seraient des faisceaux de fibres et non des fils pourraient être développés. Cette technique déjà proposée pour le lin par la société Dehondt pourrait être appliquée au chanvre et permettrait de déterminer l'influence exacte de la structure hélicoïdale du fil sur le comportement mécanique et l'évolution de l'endommagement dans ces composites.

Ce travail avait pour objectif de comparer à la fois d'un point de vue microstructural et mécanique les matériaux composites chanvre/époxy et verre/époxy à renforts tissus, d'analyser leur comportement face à l'endommagement, de caractériser l'interface fibre/matrice et la liaison fil imprégné/matrice. Finalement, cette étude sur les nouveaux matériaux que sont les composites à renforts tissés de chanvre a permis d'obtenir des résultats encourageants qui ouvrent des perspectives prometteuses quant au remplacement des fibres synthétiques par des fibres de chanvre en tant que renfort dans les matériaux composites.

REFERENCES

[1] L. Berreur, D. Maillard, et S. Nosperger, “L'industrie française des matériaux composites. Etude stratégique.,” 2002.

[2] P. Wambua, J. Ivens, et I. Verpoest, “Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics?,” *Composites Science and Technology*, vol. 63, 2003, p. 1259-1264.

[3] S.V. Joshi, L.T. Drzal, A.K. Mohanty, et S. Arora, “Are natural fiber composites environmentally superior to glass fiber reinforced composites?,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 35, 2004, p. 371-376.

[4] AFT Plasturgie, “Le Chanvre dans les matières plastiques,” 2007.

[5] P. Bouloc, *Le chanvre industriel production et utilisations*, France Agricole, 2006.

[6] Y. Li, M. Sreekala, et M. Jacob, “Textile composites based on natural fibers,” Old City Publishing, 2009, p. 202-227.

[7] K. Charlet, J. Jernot, M. Gomina, C. Baley, L. Bizet, et J. Bréard, “Relation entre la microstructure et le comportement mecanique d'une fibre de lin,” *Proceedings of JNC 15*, Marseille: 2007.

[8] C. Baley, “Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites,” *Techniques de l'Ingénieur*, vol. AM5130, 2004.

[9] C. Baley, “Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 33, 2002, p. 939-948.

[10] V. Placet, “Characterization of the thermo-mechanical behaviour of Hemp fibres intended for the manufacturing of high performance composites,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 40, 2009, p. 1111-1118.

[11] J. Hearle, “The Fine Structure of Fibers and Crystalline Polymers. III. Interpretation of the Mechanical Properties of Fibers,” *Journal of applied polymer science*, vol. 7, 1963, p. 1207-1223.

[12] B. Madsen, P. Hoffmeyer, A.B. Thomsen, et H. Lilholt, “Hemp yarn reinforced composites - I. Yarn characteristics,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 38, 2007, p. 2194-2203.

[13] T. Nilsson et P.J. Gustafsson, “Influence of dislocations and plasticity on the tensile behaviour of flax and hemp fibres,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 38, 2007, p. 1722-1728.

[14] A. Thygesen, A.B. Thomsen, G. Daniel, et H. Lilholt, “Comparison of composites made from fungal defibrated hemp with composites of traditional hemp yarn,” *Industrial Crops and Products*, vol. 25, 2007, p. 147-159.

[15] Y. Li et K. Pickering, “Hemp fibre reinforced composites using chelator and enzyme treatments,” *Composites Science and Technology*, vol. 68, 2008, p. 3293-3298.

[16] B. Wang, M. Sain, et K. Oksman, “Study of Structural Morphology of Hemp Fiber from the Micro to the Nanoscale,” *Applied Composite Materials*, vol. 14, 2007, p. 89-103.

[17] C. Cuissinat et P. Navard, “Swelling and dissolution of cellulose, Part III: plant fibres in aqueous systems,” *Cellulose*, vol. 15, 2008, p. 67-74.

[18] L. Mwaikambo et M. Ansell, “Mechanical properties of alkali treated plant fibres and their potential as reinforcement materials. I. hemp fibres,” *Journal of Materials Science*, vol. 41, 2006, p. 2483-2496.

[19] K. Oksman, A.P. Mathew, R. Långström, B. Nyström, et K. Joseph, “The influence of fibre microstructure on fibre breakage and mechanical properties of natural fibre reinforced polypropylene,” *Composites Science and Technology*, vol. 69, 2009, p. 1847-1853.

[20] A. Bergander et L. Salmén, “Cell wall properties and their effects on the mechanical properties of fibers,” *Journal of Materials Science*, vol. 37, 2002, p. 151-156.

[21] J. Halpin et J. Kardos, “The Halpin-Tsai Equations : A Review,” *Polymer engineering and science*, vol. 16, 1976, p. 344-352.

[22] S. Eichhorn, A. Dufresne, M. Aranguren, N. Marcovich, J. Capadona, S. Rowan, C. Weder, W. Thielemans, M. Roman, S. Renneckar, W. Gindl, S. Veigel, J. Keckes, H. Yano, K. Abe, M. Nogi, A. Nakagaito, A. Mangalam, J. Simonsen, A. Benight, A. Bismarck, L. Berglund, et T. Peijs, “Review: current international research into cellulose nanofibres and nanocomposites,” *Journal of Materials Science*, vol. 45, 2010, p. 1-33.

[23] L. Salmén, “Micromechanical understanding of the cell-wall structure,” *Comptes Rendus Biologies*, vol. 327, 2004, p. 873-880.

[24] W.J. Cousins, “Young's modulus of hemicellulose as related to moisture content,” *Wood Science and Technology*, vol. 12, 1978, p. 161-167.

[25] W.J. Cousins, “Elastic modulus of lignin as related to moisture content,” *Wood Science and Technology*, vol. 10, 1976, p. 9-17.

[26] M. Nardin, “Interfaces fibre-matrice dans les matériaux composites,” *Revue des composites et des matériaux avancés*, vol. 16, 2006, p. 49-62.

[27] I. Van de Weyenberg, J. Ivens, A. De Coster, B. Kino, E. Baetens, et I. Verpoest, “Influence of processing and chemical treatment of flax fibres on their composites,” *Composites Science and Technology*, vol. 63, 2003, p. 1241-1246.

[28] Y. Li, K. Pickering, et R. Farrell, “Analysis of green hemp fibre reinforced composites using bag retting and white rot fungal treatments,” *Industrial Crops and Products*, vol. 29, 2009, p. 420-426.

[29] D.G. Hepworth, R.N. Hobson, D.M. Bruce, et J.W. Farrent, “The use of unretted hemp fibre in composite manufacture,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 31, 2000, p. 1279-1283.

[30] L. Caramaro, “Fibres et fils à usage technique,” *Techniques de l'Ingénieur*, vol. N2510, 2005.

[31] M. R'Mili, M. Moevus, et N. Godin, “Statistical fracture of E-glass fibres using a bundle tensile test and acoustic emission monitoring,” *Composites Science and Technology*, vol. 68, 2008, p.

1800-1808.

[32] K. Charlet, C. Baley, C. Morvan, J. Jernot, M. Gomina, et J. Bréard, "Characteristics of Hermès flax fibres as a function of their location in the stem and properties of the derived unidirectional composites," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 38, 2007, p. 1912-1921.

[33] G. Westenbroek, "Compressibility of hemp bast fibres," *Nordic Pulp and Paper Research Journal*, vol. 14, 1999, p. 336-344.

[34] T. Peijs, "Composites Turn Green," *e-Polymers*, 2002, p. 1-12.

[35] K. Pickering, G. Beckermann, S. Alam, et N. Foreman, "Optimising industrial hemp fibre for composites," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 38, 2007, p. 461-468.

[36] J. Gassan et A.K. Bledzki, "Possibilities to Improve the Properties of Natural Fiber Reinforced Plastics by Fiber Modification – Jute Polypropylene Composites –," *Applied Composite Materials*, vol. 7, 2000, p. 373-385.

[37] C. Baley et B. Lamy, "Caractérisation des fibres de lin. Application à l'optimisation de composites fibres de lin-résine époxy," JST AMAC-Compiègne: 1999.

[38] J. Gassan, I. Mildner, et A. Bledzki, "Influence of fiber structure modification on the mechanical properties of flax fiber-epoxy composites," *Mechanics of Composite Materials*, vol. 35, 1999, p. 435-440.

[39] S. Goutianos, T. Peijs, B. Nystrom, et M. Skrifvars, "Development of Flax Fibre based Textile Reinforcements for Composite Applications," *Applied Composite Materials*, vol. 13, 2006, p. 199-215.

[40] Q. Liu et M. Hughes, "The fracture behaviour and toughness of woven flax fibre reinforced epoxy composites," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 39, 2008, p. 1644-1652.

[41] B. Madsen, P. Hoffmeyer, et H. Lilholt, "Hemp yarn reinforced composites - II. Tensile properties," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 38, 2007, p. 2204-2215.

[42] J. Berthelot, "Etude des matériaux à renfort tissu," *Matériaux composites : Comportement et analyse des structures*, Masson Paris: 1992, p. 332-346.

[43] Z. Aboura, "Etude du processus de delaminage mode I, mode II et mode mixte (I+II) de matériaux composites à renforts tissés à différentes vitesses de sollicitation," Thèse de l' Université de Technologie de Compiègne, 1993.

[44] D. Scida, "Etude et modélisation du comportement mécanique de matériaux composites à renforts tissés hybrides et non hybrides," Thèse de l'Université de Technologie de Compiègne, 1998.

[45] NF A 09-350 07-84, "Vocabulaire utilisé en émission acoustique.", Association française de

normalisation AFNOR

[46] S. Mechraoui, S. Benmedakhene, S. Amami, et A. Laksimi, “Damage and crack analysis of glass/epoxy composite laminates (0/30/60)10 by acoustic emission,” *Compte rendus des JNC 14*, Compiègne: 2005, p. 801-810.

[47] S. Huguet, “Application de classificateurs aux données d'émission acoustique : identification de la signature acoustique des mécanismes d'endommagement dans les composites à matrice polymère,” Thèse de l'Institut National des Sciences Appliquées, Lyon, 2002.

[48] “Manuel d’utilisation Physical Acoustic Corporation,” 2004.

[49] R. Mehan et J. Mullin, “Analysis of Composite Failure Mechanisms Using Acoustic Emissions,” *Journal of Composite Materials*, vol. 5, 1971, p. 266-269.

[50] G. Romhany, J. Karger-Kocsis, et T. Czigany, “Tensile Fracture and Failure Behavior of Technical Flax Fibers,” *Journal of applied polymer science*, vol. 90, 2003, p. 3638-3645.

[51] S. Barré et M. Benzeggagh, “On the use of acoustic emission to investigate damage mechanisms in glass-fibre-reinforced polypropylene,” *Composites Science and Technology*, vol. 52, 1994, p. 369-376.

[52] S. Benmedakhene, M. Kenane, et M.L. Benzeggagh, “Initiation and growth of delamination in glass/epoxy composites subjected to static and dynamic loading by acoustic emission monitoring,” *Composites Science and Technology*, vol. 59, 1999, p. 201-208.

[53] M. Giordano, A. Calabro, C. Esposito, A. D'Amore, et L. Nicolais, “An acoustic-emission characterization of the failure modes in polymer-composite materials,” *Composites Science and Technology*, vol. 58, 1998, p. 1923-1928.

[54] W. Haselbach et B. Lauke, “Acoustic emission of debonding between fibre and matrix to evaluate local adhesion,” *Composites Science and Technology*, vol. 63, 2003, p. 2155-2162.

[55] J. Karger-Kocsis et T. Czigány, “Fracture behaviour of glass-fibre mat-reinforced structural nylon RIM composites studied by microscopic and acoustic emission techniques,” *Journal of Materials Science*, vol. 28, 1993, p. 2438-2448.

[56] X. Zhuang et X. Yan, “Investigation of damage mechanisms in self-reinforced polyethylene composites by acoustic emission,” *Composites Science and Technology*, vol. 66, 2006, p. 444-449.

[57] T. Czigány, “Special manufacturing and characteristics of basalt fiber reinforced hybrid polypropylene composites: Mechanical properties and acoustic emission study,” *Composites Science and Technology*, vol. 66, 2006, p. 3210-3220.

[58] G. Dogossy et T. Czigány, “Failure mode characterization in maize hull filled polyethylene composites by acoustic emission,” *Polymer Testing*, vol. 25, 2006, p. 353-357.

[59] H. Anuar, S. Ahmad, R. Rasid, S. Surip, T. Czigany, et G. Romhany, “Essantial Work of Fracture and Acoustic Emission Study on TPNR Composites Reinforced by Kenaf Fiber,” *Journal of Composite Materials*, vol. 41, 2007, p. 3035-3049.

[60] I.M. De Rosa, C. Santulli, et F. Sarasini, “Acoustic emission for monitoring the mechanical behaviour of natural fibre composites: A literature review,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 40, 2009, p. 1456-1469.

[61] F. Edgren, D. Mattsson, L.E. Asp, et J. Varna, “Formation of damage and its effects on non-crimp fabric reinforced composites loaded in tension,” *Composites Science and Technology*, vol. 64, 2004, p. 675-692.

[62] X. Tang, J.D. Whitcomb, A.D. Kelkar, et J. Tate, “Progressive failure analysis of 2 x 2 braided composites exhibiting multiscale heterogeneity,” *Composites Science and Technology*, vol. 66, 2006, p. 2580-2590.

[63] S. Huguet, N. Godin, R. Gaertner, L. Salmon, et D. Villard, “Use of acoustic emission to identify damage modes in glass fibre reinforced polyester,” *Composites Science and Technology*, vol. 62, 2002, p. 1433-1444.

[64] A. Marec, J. Thomas, et R. El Guerjouma, “Damage characterization of polymer-based composite materials: Multivariable analysis and wavelet transform for clustering acoustic emission data,” *Mechanical Systems and Signal Processing*, vol. 22, 2008, p. 1441-1464.

[65] M. Moevus, N. Godin, M. R'Mili, D. Rouby, P. Reynaud, G. Fantozzi, et G. Farizy, “Analysis of damage mechanisms and associated acoustic emission in two SiCf/[Si-B-C] composites exhibiting different tensile behaviours. Part II: Unsupervised acoustic emission data clustering,” *Composites Science and Technology*, vol. 68, 2008, p. 1258-1265.

[66] D. Scida, Z. Aboura, et M.L. Benzeggagh, “The effect of ageing on the damage events in woven-fibre composite materials under different loading conditions,” *Composites Science and Technology*, vol. 62, 2002, p. 551-557.

[67] S. Lomov, D. Ivanov, T. Truong, I. Verpoest, F. Baudry, K. Vanden Bosche, et H. Xie, “Experimental methodology of study of damage initiation and development in textile composites in uniaxial tensile test,” *Composites Science and Technology*, vol. 68, 2008, p. 2340-2349.

[68] G.N. Morscher, “Modal acoustic emission of damage accumulation in a woven SiC/SiC composite,” *Composites Science and Technology*, vol. 59, 1999, p. 687-697.

[69] A. Rotem, “The discrimination of micro-fracture mode of fibrous composite material by acoustic emission technique,” *Fibre Science and Technology*, vol. 10, 1977, p. 101-121.

[70] M. Moevus, D. Rouby, N. Godin, M. R'Mili, P. Reynaud, G. Fantozzi, et G. Farizy, “Analysis of damage mechanisms and associated acoustic emission in two SiC/[Si-B-C] composites exhibiting different tensile behaviours. Part I: Damage patterns and acoustic emission activity,” *Composites Science and Technology*, vol. 68, 2008, p. 1250-1257.

[71] B. Mouhmid, I. Imad, M. Abdeaziz, et S. Benmedakhene, “Caractérisation mécanique d'un polyamide chargé de fibres de verre,” *Compte rendus des JNC 14*, Compiègne: 2005, p. 393-400.

[72] B. Rosen, “Tensile failure of fibrous composites,” *AIAA JOURNAL*, vol. 2, 1964, p. 1985-1991.

[73] C. Zweben, “Tensile failure fiber composites,” *AIAA JOURNAL*, vol. 6, 1968, p. 2325-&.

[74] L. Kachanov, *Introduction to continuum damage mechanics*, the Netherlands: 1986.

[75] J. Lemaitre, “A continuous damage mechanics model for ductile fracture,” *Jourrnal of engineering materials and technology - Transactions of the ASME*, vol. 107, 1985, p. 83-89.

[76] M. Lafarie-Frenot et F. Touchard-Lagattu, “Comparative in plane shear behavior of long-carbon-fiber composites with thermoset or thermoplastic matrix,” *Composites Science and Technology*, vol. 52, 1994, p. 417-425.

[77] O. Allix, M. Dommanget, M. Gratton, et P. Héreil, “A multi-scale approach for the response of a 3D carbon/carbon composite under shock loading,” *Composites Science and Technology*, vol. 61, 2001, p. 409-415.

[78] P. Ladeveze et Le Dantec, “Damage modeling of the elementary ply for laminated composites,” *Composites Science and Technology*, vol. 43, 1992, p. 257-267.

[79] S. Ogin, P. Smith, et P. Beaumont, “Matrix cracking and stiffness reduction during the fatigue of a (0/90)s GFRP laminate,” *Composites Science and Technology*, vol. 22, 1985, p. 23-31.

[80] M. Zako, Y. Uetsuji, et T. Kurashiki, “Finite element analysis of damaged woven fabric composite materials,” *Composites Science and Technology*, vol. 63, 2003, p. 507-516.

[81] L. Gorbatikh, D. Ivanov, S. Lomov, et I. Verpoest, “On modelling of damage evolution in textile composites on meso-level via property degradation approach,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 38, 2007, p. 2433-2442.

[82] J. Burch et J. Tokarski, “Production of multi beam fringes from photographic scatters,” *Optica Acta*, vol. 15, 1968, p. 101-111.

[83] J. Brillaud et F. Lagattu- Touchard, “Limits and possibilities of laser speckle and white light image correlation methods : teory and experiments,” *Applied Optics*, vol. 41, 2002, p. 6603-6613.

[84] De Almeida, “Etude des mécanismes de déformation de polypropylènes-chocs par analyse des champs de déformations tridimensionnels. evolution des matéraux pare-chocs automobiles au cours du cycle de vie (vieillissement, pollution et recyclage),” Thèse de l' Université de Poitiers, 2007.

[85] J. Gonzalez et W. Knauss, “Strain inhomogeneity and discontinuous crack growth in a particulate composite,” *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 46, 1998, p. 1981-1995.

[86] F. Hild, B. Raka, M. Baudequin, S. Roux, et F. Cantelaube, “Multiscale displacement field measurements of compressed mineralwool samples by digital image correlation,” *Applied Optics*, vol. 41, 2002, p. 6815-6828.

[87] F. Lagattu-Touchard, M.C. Lafarie-Frenot, T.Q. Lam, et J. Brillaud, “Experimental

characterisation of overstress accommodation in notched CFRP composite laminates," *Composite Structures*, vol. 67, 2005, p. 347-357.

[88] A. Sretenovic, U. Müller, et W. Gindl, "Mechanism of stress transfer in a single wood fibre-LDPE composite by means of electronic laser speckle interferometry," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 37, 2006, p. 1406-1412.

[89] A. Godara, D. Raabe, I. Bergmann, R. Putz, et U. Müller, "Influence of additives on the global mechanical behavior and the microscopic strain localization in wood reinforced polypropylene composites during tensile deformation investigated using digital image correlation," *Composites Science and Technology*, vol. 69, 2009, p. 139-146.

[90] F. Lagattu-Touchard, J. Brillaud, et M. Lafarie-Frenot, "High strain gradient measurements by using digital image correlation technique," *Materials Characterization*, vol. 53, 2004, p. 17-28.

[91] J. Kim et Y. Mai, *Engineered interfaces in fiber reinforced composites*, Elsevier, 1998.

[92] B. Madsen, *Properties of Plant Fibre Yarn Polymer Composites. An experimental study*, Technical University of Denmark: 2004.

[93] L.Y. Mwaikambo, E. Martuscelli, et M. Avella, "Kapok/cotton fabric-polypropylene composites," *Polymer Testing*, vol. 19, 2000, p. 905-918.

[94] P.R. Hornsby, E. Hinrichsen, et K. Tarverdi, "Preparation and properties of polypropylene composites reinforced with wheat and flax straw fibres: Part I Fibre characterization," *Journal of Materials Science*, vol. 32, 1997, p. 443-449.

[95] F. Meraghni et M. Benzeggagh, "Influence de la formulation de la résine seule sur le comportement élastique endommageable de composites SMC," *Compte rendus des JNC 14*, Compiègne: 2005, p. 811-821.

[96] S.H. Aziz et M.P. Ansell, "The effect of alkalization and fibre alignment on the mechanical and thermal properties of kenaf and hemp bast fibre composites: Part 1 - polyester resin matrix," *Composites Science and Technology*, vol. 64, 2004, p. 1219-1230.

[97] S.J. Eichhorn et R.J. Young, "Composite micromechanics of hemp fibres and epoxy resin microdroplets," *Composites Science and Technology*, vol. 64, 2004, p. 767-772.

[98] N. Melanitis, C. Galiotis, P. Tetlow, et C. Davies, "Interfacial shear stress distribution in model composites part 2 : Fragmentation studies on carbon/epoxy systems," *Journal of Composite Materials*, vol. 26, 1992, p. 574-610.

[99] A. Kelly et W. Tyson, "Tensile properties of fibre-reinforced metals: Copper/tungsten and copper/molybdenum," *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 13, 1965, p. 329-338, in1-in2, 339-350.

[100] D. Tripathi et F.R. Jones, "Single fibre fragmentation test for assessing adhesion in fibre reinforced composites," *Journal of Materials Science*, vol. 33, 1998, p. 1-16.

[101] M.C. Paiva, C.A. Bernardo, et M. Nardin, "Mechanical, surface and interfacial characterisation

of pitch and PAN-based carbon fibres," *Carbon*, vol. 38, 2000, p. 1323-1337.

[102] G. Beckermann et K. Pickering, "Engineering and evaluation of hemp fibre reinforced polypropylene composites: Micro-mechanics and strength prediction modelling," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 40, 2009, p. 210-217.

[103] R. Joffe, J. Andersons, et L. Wallström, "Strength and adhesion characteristics of elementary flax fibres with different surface treatments," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 34, 2003, p. 603-612.

[104] M. El Asloun, J. Donnet, G. Guilpain, M. Nardin, et J. Schultz, "On the estimation of the tensile strength of carbon fibres at short lengths," *Journal of Materials Science*, vol. 24, 1989, p. 3504-3510.

[105] D. Tripathi et F.R. Jones, "Single fibre fragmentation test for assessing adhesion in fibre reinforced composites," *Journal of Materials Science*, vol. 33, 1998, p. 1-16.

[106] M. Nishikawa, T. Okabe, K. Hemmi, et N. Takeda, "Micromechanical modeling of the microbond test to quantify the interfacial properties of fiber-reinforced composites," *International Journal of Solids and Structures*, vol. 45, 2008, p. 4098-4113.

[107] A. Pegoretti, M. Fidanza, C. Migliaresi, et A.T. DiBenedetto, "Toughness of the fiber/matrix interface in nylon-6/glass fiber composites," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 29, 1998, p. 283-291.

[108] H.D. Wagner, O. Lourie, et X.F. Zhou, "Macrofragmentation and microfragmentation phenomena in composite materials," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 30, 1999, p. 59-66.

[109] M. Nishikawa, T. Okabe, et N. Takeda, "Determination of interface properties from experiments on the fragmentation process in single-fiber composites," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 480, 2008, p. 549-557.

[110] X.-. Zhou, J.A. Nairn, et H.D. Wagner, "Fiber-matrix adhesion from the single-fiber composite test: nucleation of interfacial debonding," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 30, 1999, p. 1387-1400.

[111] N.E. Zafeiropoulos, C.A. Baillie, et J.M. Hodgkinson, "Engineering and characterisation of the interface in flax fibre/polypropylene composite materials. Part II. The effect of surface treatments on the interface," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 33, 2002, p. 1185-1190.

[112] X.-. Zhou, H.D. Wagner, et S.R. Nutt, "Interfacial properties of polymer composites measured by push-out and fragmentation tests," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 32, 2001, p. 1543-1551.

[113] A. Netravali, L. Topoleski, W. Sachse, et S. Phoenix, "An acoustic emission technique for measuring fiber fragment length distributions in the single-fiber- composite test," *Composites Science and Technology*, vol. 35, 1989, p. 13-29.

[114] X.-. Zhou et H.D. Wagner, “Fragmentation of two-fiber hybrid microcomposites: stress concentration factors and interfacial adhesion,” *Composites Science and Technology*, vol. 60, 2000, p. 367-377.

[115] P. Feillard, G. Désarmot, et J. Favre, “A critical assessment of the fragmentation test for glass/epoxy systems,” *Composites Science and Technology*, vol. 49, 1993, p. 109-119.

[116] J. Andersons, R. Joffe, M. Hojo, et S. Ochiai, “Fibre fragment distribution in a single-fibre composite tension test,” *Composites Part B: Engineering*, vol. 32, 2001, p. 323-332.

[117] D. Tripathi, F. Chen, et F.R. Jones, “The effect of matrix yield strain on the data reduction technique of the single-filament fragmentation test,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 27, 1996, p. 709-715.

[118] J.E. Davis et J. Qu, “Numerical analysis of fiber fragmentation in a SiC/Al single-fiber composite specimen,” *Composites Science and Technology*, vol. 60, 2000, p. 2297-2307.

[119] K.L. Goh, R.M. Aspden, et D.W.L. Hukins, “Review: finite element analysis of stress transfer in short-fibre composite materials,” *Composites Science and Technology*, vol. 64, 2004, p. 1091-1100.

[120] G. Rauchs, M. Preuss, et P.J. Withers, “Micromechanical analysis of internal stress development during single-fibre fragmentation testing of Ti/SiCf,” *Acta Materialia*, vol. 50, 2002, p. 2477-2490.

[121] X. Wang, B. Zhang, S. Du, Y. Wu, et X. Sun, “Numerical simulation of the fiber fragmentation process in single-fiber composites,” *Materials & Design*, vol. 31, 2010, p. 2464-2470.

[122] S.A. Hayes, R. Lane, et F.R. Jones, “Fibre/matrix stress transfer through a discrete interphase. Part 1: single-fibre model composites,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 32, Mar. , p. 379-389.

[123] A.B. Thomsen, A. Thygesen, V. Bohn, K.V. Nielsen, B. Pallesen, et M.S. Jørgensen, “Effects of chemical-physical pre-treatment processes on hemp fibres for reinforcement of composites and for textiles,” *Industrial Crops and Products*, vol. 24, 2006, p. 113-118.

[124] I. Van de Weyenberg, T. Chi Truong, B. Vangrimde, et I. Verpoest, “Improving the properties of UD flax fibre reinforced composites by applying an alkaline fibre treatment,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 37, 2006, p. 1368-1376.

[125] M. Kostic, B. Pejic, et P. Skundric, “Quality of chemically modified hemp fibers,” *Bioresource Technology*, vol. 99, 2008, p. 94-99.

[126] M. Le Troedec, D. Sedan, C. Peyratout, J.P. Bonnet, A. Smith, R. Guinebretiere, V. Gloaguen, et P. Krausz, “Influence of various chemical treatments on the composition and structure of hemp fibres,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 39, 2008, p. 514-522.

[127] N. Sgriccia, M. Hawley, et M. Misra, “Characterization of natural fiber surfaces and natural fiber composites,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 39, 2008, p.

1632-1637.

[128] M. Symington, O. David-West, W. Banks, et R. Pethrick, “The effect of alkalisation on the mechanical properties of natural fibres,” *Proceedings of EECM 13*, Stockholm, Sweden: 2008.

[129] J. Park, S.T. Quang, B. Hwang, et K.L. DeVries, “Interfacial evaluation of modified Jute and Hemp fibers/polypropylene (PP)-maleic anhydride polypropylene copolymers (PP-MAPP) composites using micromechanical technique and nondestructive acoustic emission,” *Composites Science and Technology*, vol. 66, 2006, p. 2686-2699.

[130] M. Gerland, “Observations par microscopie en transmission de lames minces de composites chanvre/époxy. Rapport Interne, Institut Pprime,” 2007.

[131] J. Lesseur et P. Sardini, *Microtomographe à tube Rx*, Rapport Interne, Hydrasa: 2009.

[132] NF T 51-034, “Platiques, détermination des caractéristiques en traction,”Association française de normalisation AFNOR, 1981.

[133] M. Spiegel, “Les distributions binomiales, normales et de Poisson,” *Statistique*, Dunod EdiScience, Paris: 2002, p. 33-38.

[134] W. Weibull, “A statistical distribution function of wide applicability,” *Journal of applied mechanics*, vol. 18, 1951, p. 293-296.

[135] Z. Chi, T. Chou, et G. Shen, “Determination of single fibre strength distribution from fibre bundle testings,” *Journal of Materials Science*, vol. 19, 1984, p. 3319-3324.

[136] J. Andersons, E. Sparnins, R. Joffe, et L. Wallström, “Strength distribution of elementary flax fibres,” *Composites Science and Technology*, vol. 65, 2005, p. 693-702.

[137] S. Jihan, A.M. Siddiqui, et M.A.S. Sweet, “Fracture strength of E-glass fibre strands using acoustic emission,” *NDT & E International*, vol. 30, 1997, p. 383-388.

[138] R. Hill et E. Okoroafor, “Weibull statistics of fibre bundle failure using mechanical and acoustic emission testing: the influence of interfibre friction,” *Composites*, vol. 26, 1995, p. 699-705.

[139] T. Jung, R.V. Subramanian, et V.S. Manoranjan, “Prediction of fibre strength at the critical length: a simulation theory and experimental verification for bimodally distributed carbon fibre strengths,” *Journal of Materials Science*, vol. 28, 1993, p. 4489-4496.

[140] S. Own, R. Subramanian, et S. Saunders, “A bimodal lognormal model of the distribution of strength of carbon fibres: effects of electrodeposition of titanium di (dioctyl pyrophosphate) oxyacetate,” *Journal of Materials Science*, vol. 21, 1986, p. 3912-3920.

[141] D. Sgorlon, *Optimisation de composites à fibres longues de chanvre*, Rapport de stage, Institut Pprime: 2008.

[142] A.G. Facca, M.T. Kortschot, et N. Yan, “Predicting the elastic modulus of natural fibre reinforced thermoplastics,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 37, 2006, p. 1660-1671.

[143] D. Gay, “Comportement mécanique des matériaux stratifiés,” *Matériaux composites*, Paris:

1989, p. 225-300.

[144] A.F. Santos, H. Wiebeck, R.M. Souza, et C.G. Schön, “Instrumented indentation testing of an epoxy adhesive used in automobile body assembling,” *Polymer Testing*, vol. 27, 2008, p. 632-637.

[145] D. Vasconcellos, *Etude numérique de l'interface fibre/matrice dans les composites à fibres végétales*, Rapport de stage, Institut Pprime: 2010.

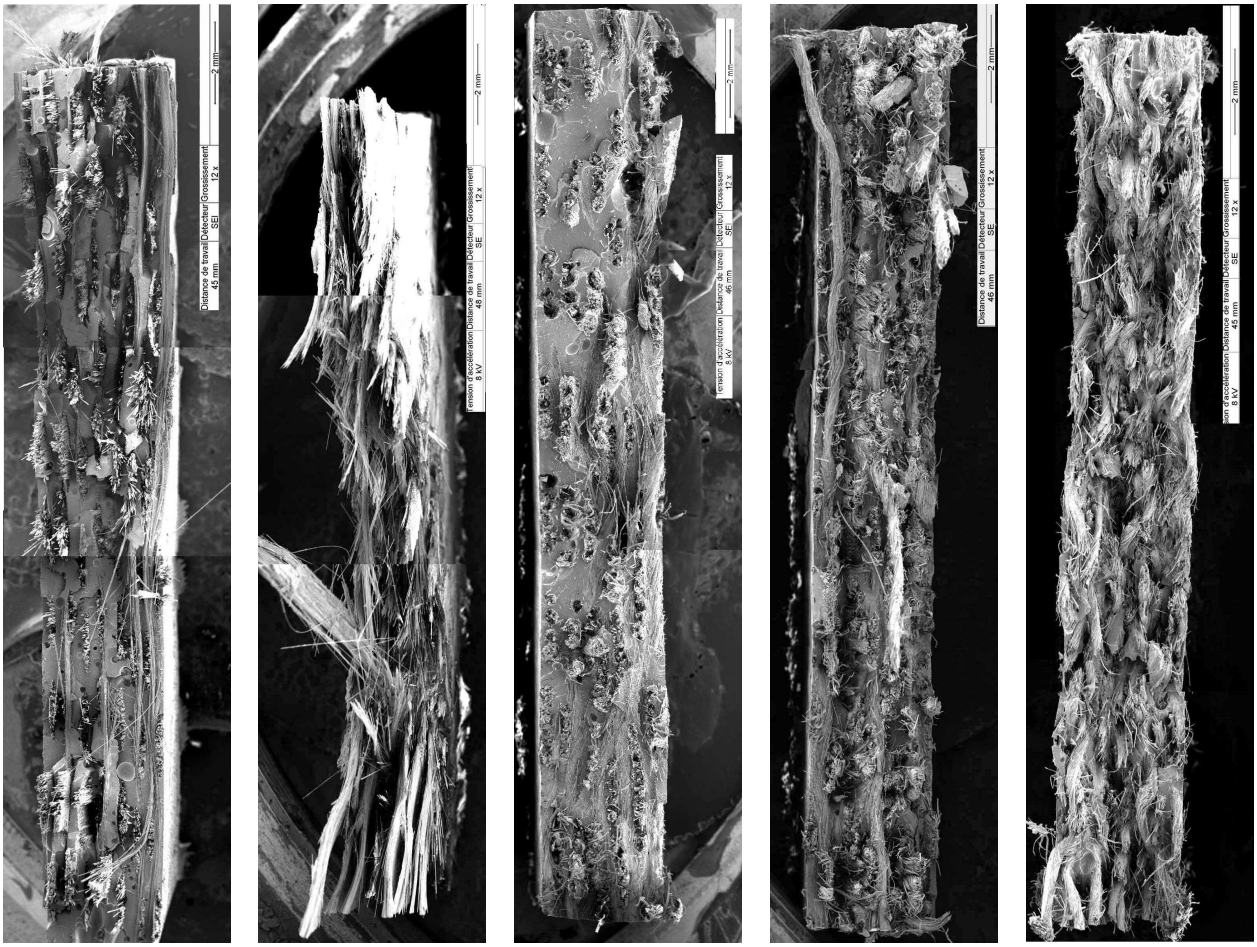
[146] Abaqus analysis User Manual, “Contact Property Models. Anisotropic friction model in Abaqus/Standard,” 2007.

[147] Y. Li, K. Pickering, et R. Farrell, “Analysis of green hemp fibre reinforced composites using bag retting and white rot fungal treatments,” *Industrial Crops and Products*, vol. 29, 2009, p. 420-426.

[148] K. Chapelain, E. Grenier, H. Aubert, J. Goupy, et J. Vaillé, “Comment construire un diagramme de Henry avec Excel et comment l'interpréter,” *Revue MODULAD*, vol. 35, 2006.

ANNEXES

Annexe I . Reconstruction des faciès de rupture des composites

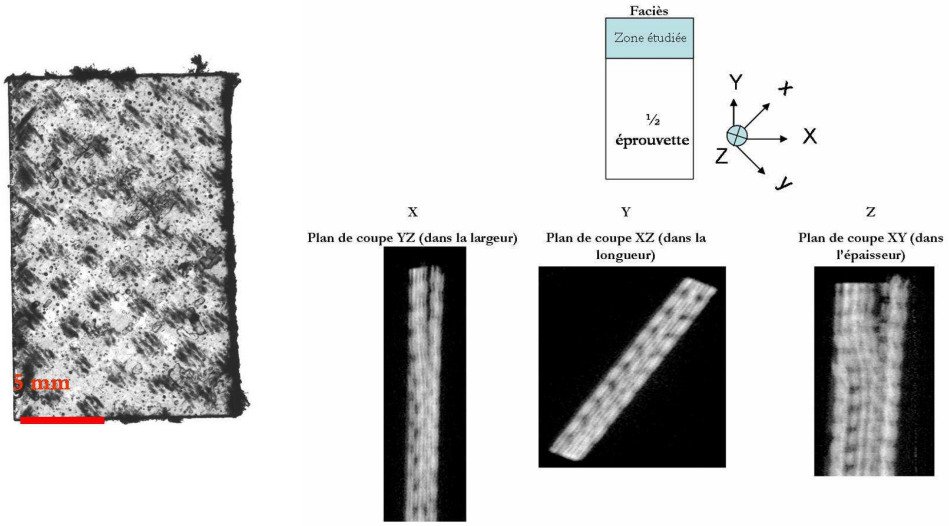


(a) C2 **(b) C5** **(c) C6** **(d) C20** **(e) C23**

Figure A. 1: Exemples de reconstruction de faciès de rupture de composites $[0/90]_7$ (a,c,d) et $[-45/+45]_7$ (b,e) : verre/époxy (a,b), lin/époxy (c) et chanvre/époxy (d,e) observés au microscope électronique à balayage.

Annexe II . Essai en tomographie

Plusieurs méthodes ont été testées dans cette étude pour essayer d'observer les endommagements à cœur dans les composites chanvre/époxy. Les méthodes non destructives telles que l'émission acoustique permettent, si l'on utilise plusieurs capteurs de triangulariser le signal afin de positionner spatialement les endommagements, une des solutions serait de couper l'échantillon à un endroit préalablement déterminé grâce à ce type de méthodes. Cependant, cette solution confronterait son utilisateur à plusieurs problèmes, la précision et la pertinence de la triangularisation et l'éventualité de créer des endommagements lors de la découpe de l'échantillon. Des premiers essais ont donc été menés par radiographie X sur un échantillon de composite chanvre/époxy imprégné de iodure de zinc (Figure A.2a).



(a) ***(b)***

Figure A.2: Visualisation des plans de coupe d'un composite verre/époxy par tomographie

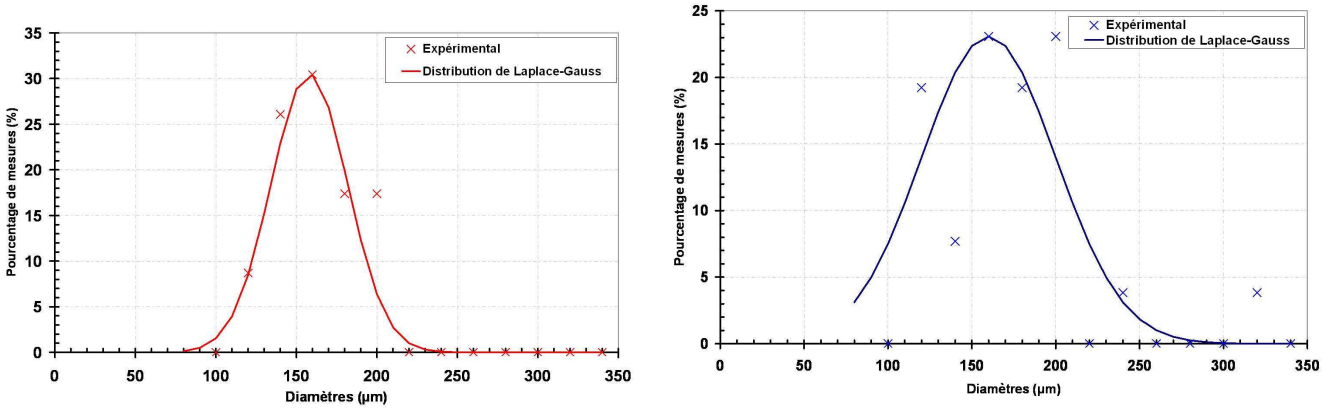
Cependant, le contraste faible ne permet pas de visualiser les fils de chaîne et les fils de trame des différents plis du composite. Des essais de tomographie par rayons X sur composites verre/époxy (Figure A.2b) ont donc été réalisés en première approche. Pour ces essais, l'échantillon n'a pas été imprégné. Les différentes observations réalisées ne se sont pas révélées concluantes pour l'apport d'informations sur les mécanismes d'endommagement des composites.

Annexe III . Analyses statistiques

II.3. Influence des paramètres de culture

II.3.1 Influence de l'espèce

Deux espèces de plants de chanvre ont été cultivées en serre par le PhyMoTS : l'espèce Félina et l'espèce Santhica. Tout d'abord, les diamètres des faisceaux de fibres prélevés ont été mesurés. La Figure A.3 présente les distributions expérimentales des diamètres ainsi que les courbes de Laplace-Gauss associées.



(a) **(b)**

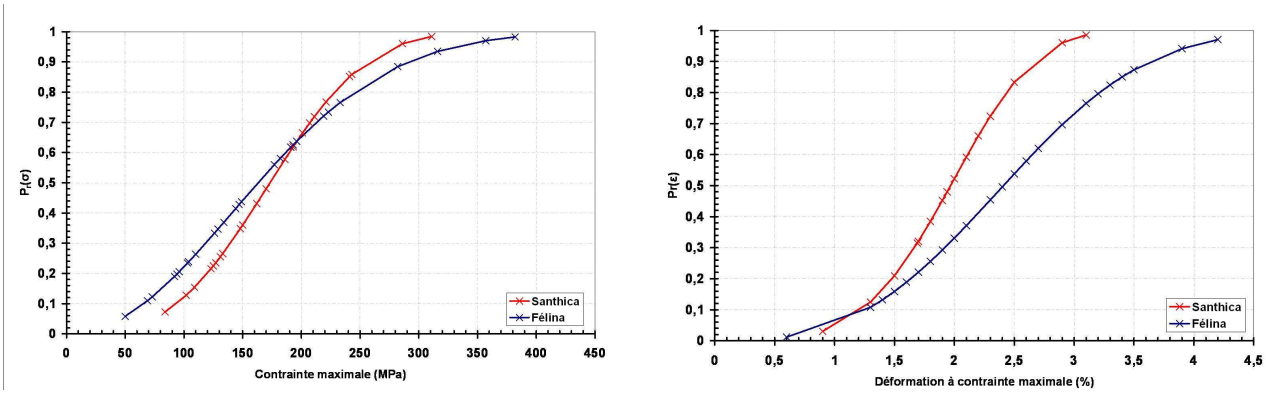
Figure A.3: Distribution de Laplace Gauss appliquée aux diamètres des faisceaux de fibres de chanvre de l'espèce Santhica (a) Félina (b)

Les valeurs des mesures de diamètre sont d'environ 160 µm pour les deux espèces Tableau A.1.

Espèce	Nombre d'échantillons	Ø (µm) *Estimation Laplace-Gauss*	$m_{\sigma 0}$	σ_0	$m_{\varepsilon 0}$	ε_0
Santhica	23	160 ± 40	3,065	482,6	3,978	4,335
Felina	27	158 ± 24	2,075	734,1	2,927	6,999

Tableau A.1. Données statistiques sur des faisceaux de fibres de chanvre pour deux espèces.

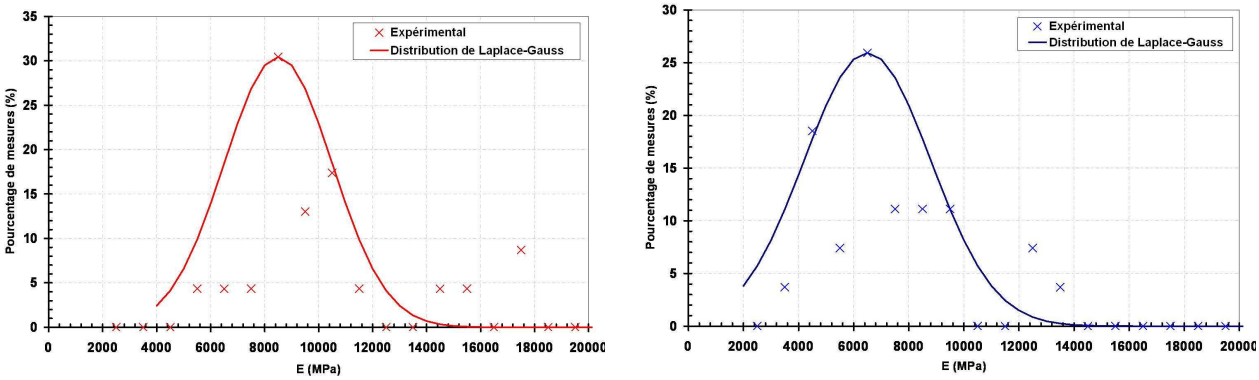
Des essais de traction ont été réalisés sur plus de 20 échantillons de chaque type de plants et ont conduit à la détermination des courbes de Weibull se rapportant à la contrainte maximale et la déformation à contrainte maximale (Figure A.4).



(a) (b)

Figure A.4: Statistique de Weibull appliquée aux (a) contraintes maximales et (b) déformations à contraintes maximale de faisceaux de fibres de chanvre de l'espèce Santhica ou Félina.

Les paramètres issus des courbes de Weibull sont précisés dans le Tableau A.1. Une reproductibilité équivalente dans la distribution des contraintes (modules de Weibull $m_{\sigma 0}$ équivalents) et des déformations à contrainte maximale (modules de Weibull $m_{\varepsilon 0}$ équivalents) est constatée pour les deux espèces. Les distributions des modules d'Young mesurés pour les deux types de plants de chanvre sont présentées en Figure A.5 avec les courbes de Laplace-Gauss associées.



(a) (b)

Figure A.5: Distribution de Laplace Gauss appliquée aux modules d'Young des faisceaux de fibres de chanvre de l'espèce (a) Santhica (b) Félina.

Le Tableau 3.5 présente la synthèse des différentes valeurs qui ont été déterminées sur les faisceaux de fibres prélevés dans ces deux espèces.

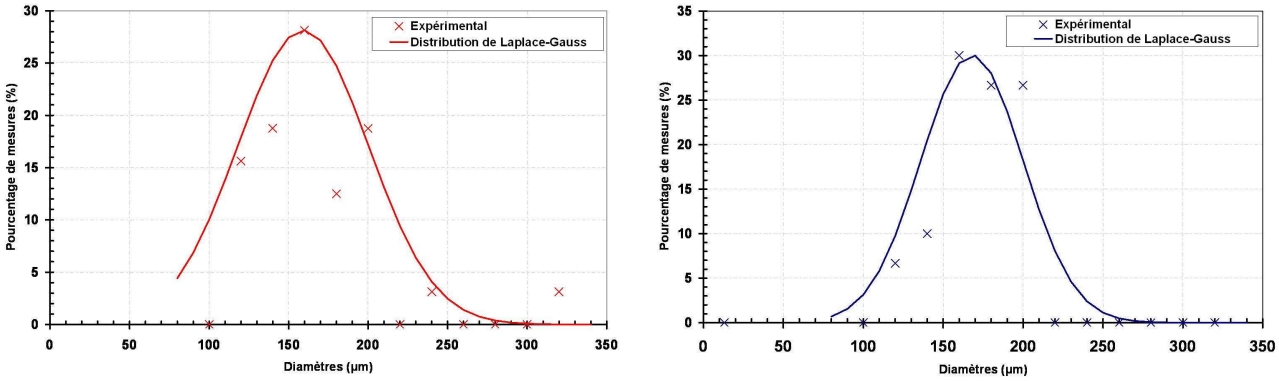
Espèce	Nombre d'échantillons	Ø (µm) *Estimation Laplace-Gauss*	E (MPa) *Estimation Laplace-Gauss*	σ_{max} (MPa) *Estimation Weibull*	ε à σ_{max} (%) *Estimation Weibull*
Santhica	23	160 ± 40	8500 ± 2000	128 ± 35	1,7 ± 0,3
Félina	27	158 ± 24	6500 ± 2300	149 ± 30	2,1 ± 0,4

Tableau A.2. Caractéristiques mécaniques statistiques de faisceaux de fibres de chanvre de différentes espèces.

Les résultats montrent que compte tenu des dispersions, il est difficile de formuler des conclusions sur des différences entre les caractéristiques mécaniques des espèces Santhica et Félina de faisceaux de fibres de chanvre.

II.3.1.1 Influence du rouissage

L'influence de la méthode de récolte a été étudiée pour des faisceaux de fibres de chanvre ayant été récoltés avec ou sans rouissage. Tout d'abord, les diamètres des faisceaux de fibres prélevés ont été mesurés. La Figure A.6 présente les distributions expérimentales des diamètres ainsi que les courbes de Laplace-Gauss associées.



(a) **(b)**

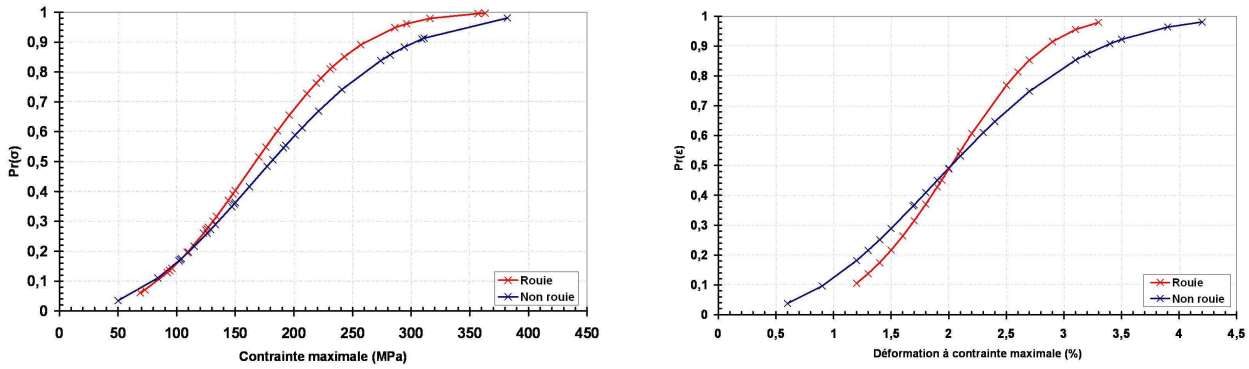
Figure A.6: Distribution de Laplace Gauss appliquée aux diamètres des faisceaux de fibres de chanvre rouies (a) non rouies (b).

Les valeurs des mesures de diamètre sont d'environ 160 µm pour les fibres rouies et non rouies (Tableau A.3).

Récolte de fibres	Nombre d'échantillons	Ø (µm) *Estimation Laplace-Gauss*	$m_{\sigma 0}$	σ_0	$m_{\varepsilon 0}$	ε_0
Rouies	**32**	**159 ± 41**	**2,707**	**535,6**	**3,505**	**4,964**
Non Rouies	**30**	**168 ± 32**	**2,3184**	**688,2**	**2,377**	**7,452**

Tableau A.3. Données statistiques sur des faisceaux de fibres de chanvre rouies et non rouies.

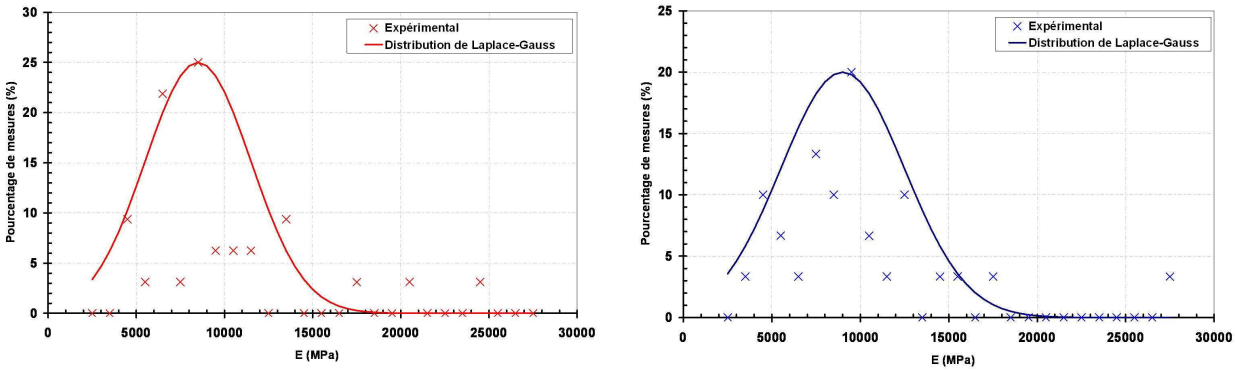
Des essais de traction ont été réalisés sur plus de 30 échantillons de chaque type de plants et ont conduit à la détermination des courbes de Weibull se rapportant à la contrainte maximale et la déformation à contrainte maximale (Figure A.7).



(a) **(b)**

Figure A.7: Statistique de Weibull appliquée aux (a) contraintes maximales et (b) déformations à contraintes maximale de faisceaux de fibres de chanvre rouies ou non rouies.

Les paramètres issus des courbes de Weibull sont précisés dans le Tableau A.3. Une reproductibilité équivalente dans la distribution des contraintes (modules de Weibull $m_{\sigma 0}$ équivalents) et des déformations à contrainte maximale (modules de Weibull $m_{\varepsilon 0}$ équivalents) est constatée pour les deux types de faisceaux de fibres. Les distributions des modules d'Young mesurés pour les deux types de plants de chanvre sont présentées en Figure A.8 avec les courbes de Laplace-Gauss associées.



(a) **(b)**

Figure A.8: Distribution de Laplace Gauss appliquée aux modules d'Young des faisceaux de fibres de chanvre de l'espèce (a) rouies (b) non rouies.

Le Tableau 3.6 présente une synthèse des résultats.

Rouissage	Nombre d'échantillons	Ø (µm) *Estimation Laplace-Gauss*	E (MPa) *Estimation Laplace-Gauss*	σ_{max} (MPa) *Estimation Weibull*	ε à σ_{max} (%) *Estimation Weibull*
Rouie	30	159 ± 41	8500 ± 3000	148 ± 37	1,8 ± 0,3
Non Rouie	32	168 ± 32	9000 ± 3000	141 ± 27	1,6 ± 0,4

Tableau A.4. Caractéristiques mécaniques statistiques de faisceaux de fibres de chanvre avec ou sans rouissage.

Dans la littérature, différents travaux indiquent que l'étape de rouissage permet la dégradation partielle des pectines, des hémicelluloses et des inter polymères du réseau pariétal [5]. Cette dégradation joue un rôle sur l'ancrage mécanique des fibres naturelles dans les composites [27],[147]. Cependant, à l'échelle des propriétés mécaniques sur les faisceaux de fibres, compte tenu de la dispersion des résultats (Tableau 3.6), les modules d'Young, les contraintes maximales et les déformations à contraintes maximales des faisceaux de fibres de chanvre rouies et non rouies sont équivalents.

II.4. Validation de l'utilisation de la distribution normale

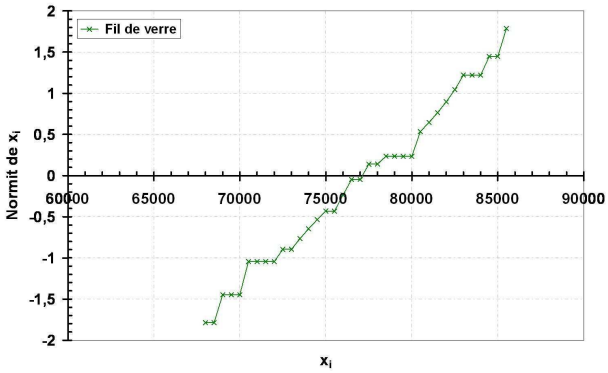
II.4.1 Principe

La validité d'utilisation de la distribution normale est déterminée grâce à la droite de Henry qui permet d'apprécier l'adéquation d'une distribution observée à la loi de Gauss. Cette méthode consiste à considérer un ensemble de valeur x_i d'une population X. On définit $P(X<x_i)$, la probabilité d'obtenir la valeur x_i au sein de la population X. Soit $\Phi(t_i)$ la fonction de répartition de la loi normale. Il est

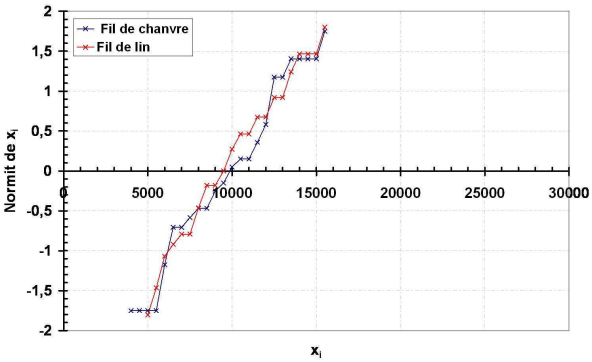
possible de déduire le paramètre t_i tel que $\Phi(t_i) = P(X<x_i)$, t_i est alors nommé normit de x_i. La droite de Henry correspond alors au tracé de t_i en fonction de x_i. Plus la fréquence cumulée en x des valeurs x_i de la population X est proche de la probabilité cumulée d'une distribution normale, plus la courbe (x_i, normit de x_i) pour tous les x_i de la population X sera proche d'une droite [148].

II.4.2 Applications sur l'exemple des faisceaux de fibres de chanvre et des fils de verre, de lin et de chanvre

Les Figure A.9 et Figure A.10 présentent des exemples de droites de Henry appliquées aux modules d'Young des fils de verre, de lin et de chanvre (Figure A.9) ou aux diamètres et modules d'Young de faisceaux de fibres de chanvre (Figure A.10).

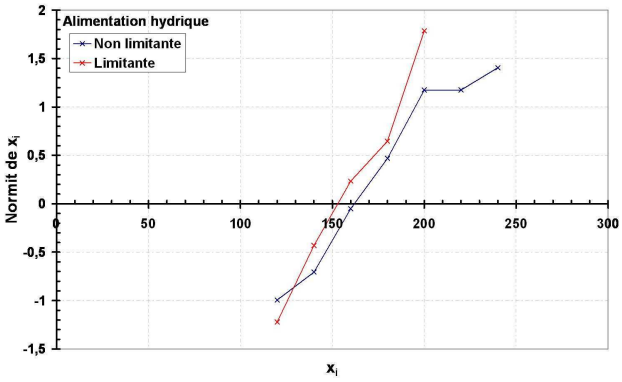


(a)

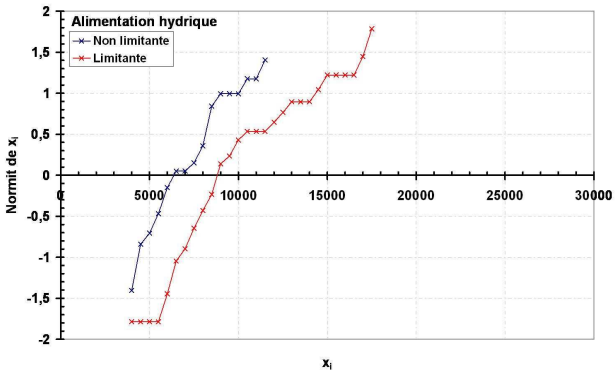


(b)

Figure A.9: Droite de Henry appliquée aux modules d'Young des fils de verre (a) et de lin et de chanvre (b).



(a)



(b)

Figure A.10: Droite de Henry appliquée aux diamètres (a) et aux modules d'Young (b) des faisceaux de fibres de chanvre avec ou sans stress hydrique..

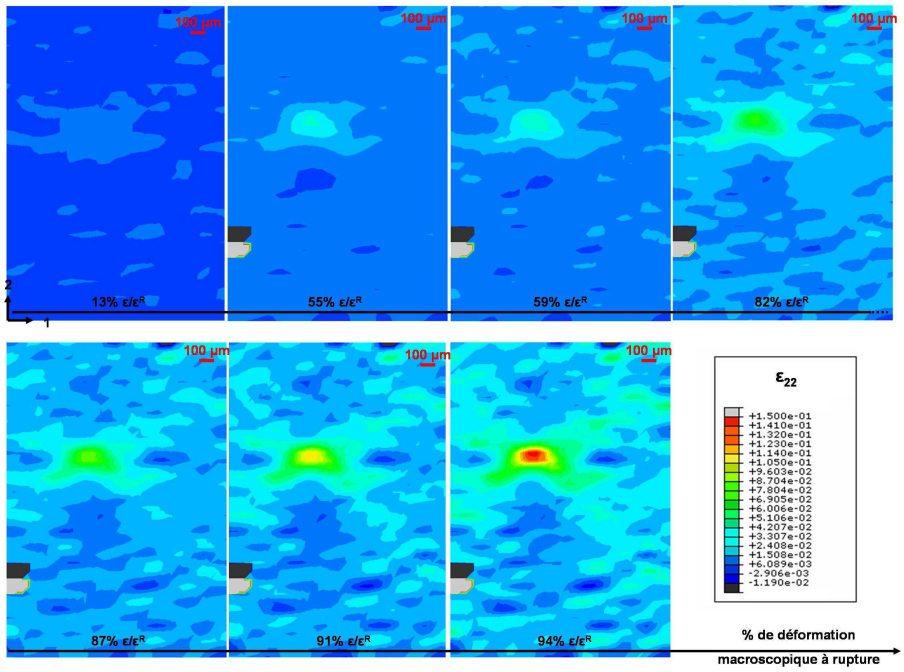
Les résultats obtenus assurent la validité d'utilisation de la distribution de Laplace-Gauss.

Annexe IV . Propriétés mécaniques des composites étudiés

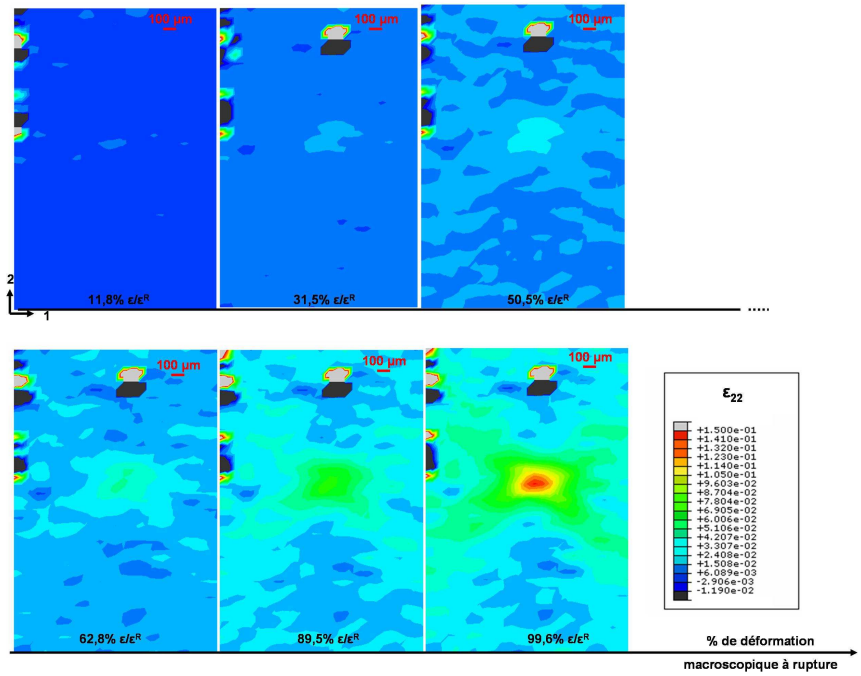
Type	Désignation	v_f (%)	Densité D	E (MPa)	σ_{max} (MPa)	$\varepsilon_{trav}^{rupt}$(%)	E/D(MPa)	σ_{max} /D (MPa)
Verre [0/90]n	C1	39 ± 4	1,50 ± 0,11	25572 ± 572	222 ± 36	2,6 ± 0,6	17048 ± 381	148 ± 24
	C2	41 ± 4	1,48 ± 0,09	26973 ± 613	196 ± 20	2,1 ± 0,2	18207 ± 413	132 ± 13
	C3	26 ± 3	1,38 ± 0,002	11447 ± 314	152 ± 7	2,1 ± 0,1	8319 ± 228	110 ± 5
	C4	56 ± 4	1,737 ± 0,008	25231 ± 390	310 ± 12	2,23 ± 0,09	14527 ± 224	179 ± 7
Verre $[+45/-45]_7$	C5	52 ± 4	1,77 ± 0,02	12878 ± 217	125 ± 3	12,46 ± 0,04	7272 ± 122	71 ± 2
Lin $[0/90]_7$	C6	43 ± 4	1,255 ± 0,009	12545 ± 966	117 ± 10	1,8 ± 0,2	9993 ± 769	93 ± 8
Lin $[+45/-45]_7$	C7	47 ± 4	1,20 ± 0,02	6112 ± 250	67 ± 2	4,1 ± 0,2	5071 ± 207	56 ± 2
Chanvre $[0/90]_7$	C8	19 ± 4	1,24 ± 0,1	9753 ± 1057	91 ± 5	1,5 ± 0,2	7881 ± 854	73 ± 4
	C9	37 ± 4	1,19 ± 0,02	12237 ± 1711	115 ± 9	1,7 ± 0,2	10240 ± 1432	96 ± 7
	C10	38 ± 4	1,19 ± 0,01	12433 ± 839	113 ± 12	1,9 ± 0,3	10452 ± 705	96 ± 10
	C11	33 ± 4	1,21 ± 0,01	13332 ± 1	111,8 ± 0,5	1,65 ± 0,05	10970 ± 1	92,0 ± 0,4
	C12	33 ± 4	1,22± 0,02	11102 ± 1722	99,9 ± 0,8	1,8 ± 0,1	9099 ± 1445	81,9 ± 0,7
	C20	42 ± 4	1,276 ± 0,005	14646 ± 909	115 ± 17	2,0 ± 0,2	11476 ± 712	90 ± 13
	C21	55 ± 4	1,289 ± 0,003	16456	126 ± 16	2,40 ± 0,60	12763	98 ± 12
Chanvre $[+45/-45]_7$	C13	35 ± 4	1,19± 0,02	4690 ± 179	58 ± 3	3,1 ± 0,2	3933 ± 150	49 ± 2
	C14	31 ± 4	1,24 ± 0,01	5660 ± 125	64 ± 3	3,1 ± 0,5	4561 ± 101	52 ± 2
	C15	37 ± 4	1,21 ± 0,02	5731 ± 469	59 ± 5	3,6 ± 0,5	4724 ± 302	49 ± 4
	C16	37 ± 4	1,18 ± 0,04	5207 ± 75	62 ± 2	2,6 ± 0,2	4416 ± 64	53 ± 2
	C18	29 ± 4	1,227 ± 0,006	5510 ± 165	55 ± 6	2,1± 0,3	4491 ± 134	44 ± 5
	C19	38 ± 4	1,21 ± 0,02	5547 ± 136	53 ± 6	1,9 ± 0,6	4583 ± 112	44 ± 5
	C22	43 ± 4	1,24± 0,02	5978 ± 427	64 ± 2	7,2 ± 2,5	4803 ± 343	51± 2
	C23	37± 4	1,31± 0,02	6440 ± 323	58 ± 3	2,8 ± 0,6	4912 ± 247	44 ± 2

Figure A. 11: Caractéristiques mécaniques des composites $[0/90]_7$ et $[-45/+45]_7$: verre/époxy, lin/époxy et chanvre/époxy étudiés.

Annexe V. Cartographies des champs de déformation.

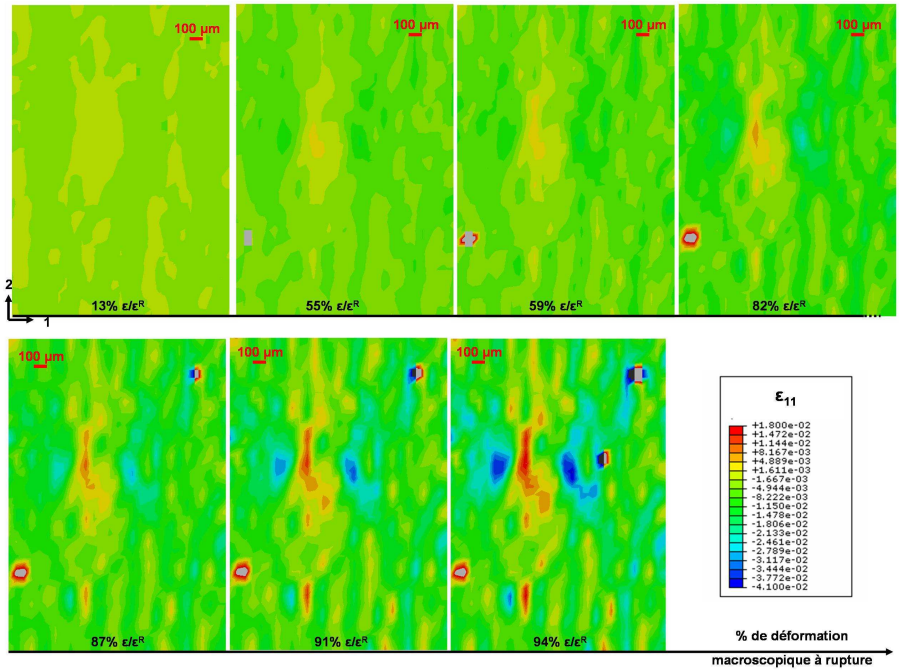


(a)

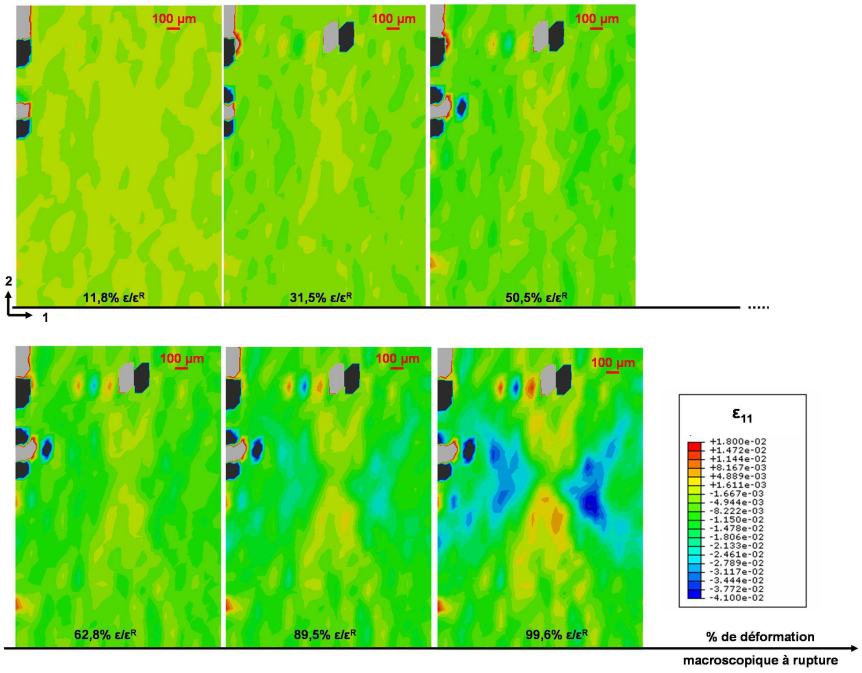


(b)

Figure A. 12: Cartographies du champ de déformation ε_{22} obtenues par corrélation d'images sur la tranche d'une éprouvette haltère mofofilamentaire chanvre/époxy à 90° (a) non traitée et (b) traitée NaOH + H_2O_2 sollicitées en traction.

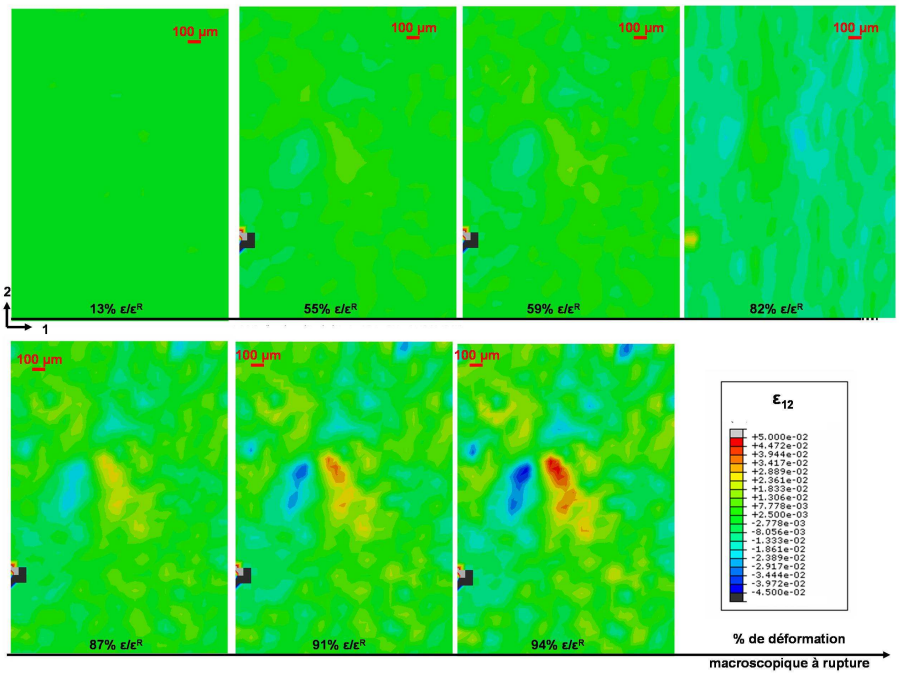


(a)

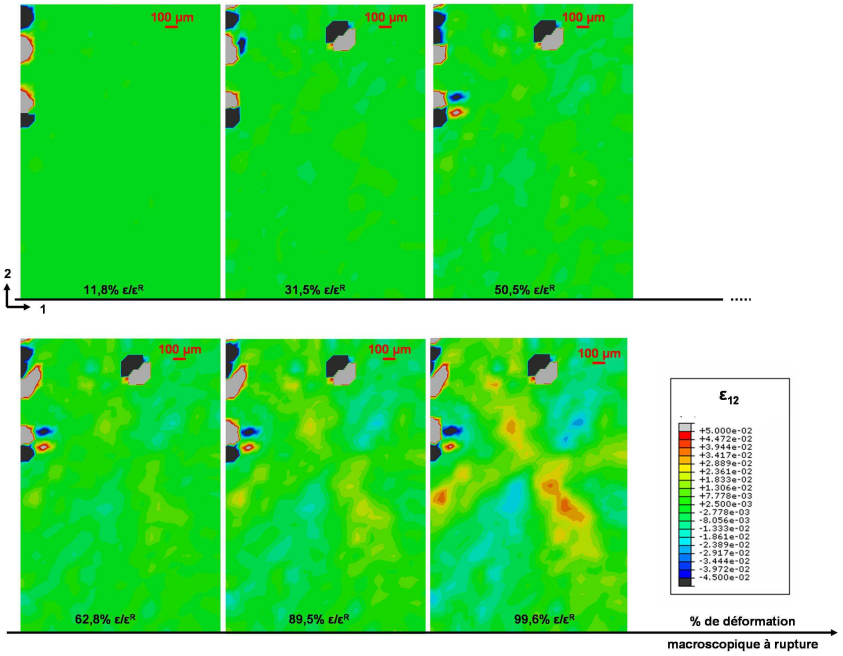


(b)

Figure A. 13: Cartographies du champ de déformation ε_{11} obtenues par corrélation d'images sur la tranche d'une éprouvette haltère mofofilamentaire chanvre/époxy à 90° (a) non traitée et (b) traitée NaOH + H_2O_2 sollicitées en traction.



(a)



(b)

Figure A. 14: Cartographies du champ de déformation ε_{12} obtenues par corrélation d'images sur la tranche d'une éprouvette haltère mofofilamentaire chanvre/époxy à 90° (a) non traitée et (b) traitée NaOH + H_2O_2 sollicitées en traction.

Analyse multi échelle des mécanismes d'endommagement de composites chanvre/époxy à renforts tissés. Caractérisation de l'interface fibre/matrice.

Le comportement mécanique de composites chanvre/époxy à renfort tissu a été étudié au moyen d'essais de traction aux différentes échelles des constituants.
La variabilité des fibres naturelles a été prise en compte grâce à des analyses statistiques qui ont été intégrées dans un modèle analytique permettant d'obtenir une estimation des caractéristiques mécaniques des composites à partir de ses constituants élémentaires.
Les mécanismes d'endommagement des composites ont été analysés par des observations microscopiques couplées à la technique d'émission acoustique et au suivi de la perte de rigidité. Les résultats ont montré une progression plus rapide de l'endommagement dans les composites chanvre/époxy $[0/90]_7$ et $[-45/+45]_7$ que dans leurs équivalents en composite verre/époxy pour un même taux volumique de fibres. De plus, les endommagements de l'interface fibre/matrice sont les plus nombreux et les plus précoces dans les composites chanvre/époxy.
Les propriétés interfaciales et le transfert de charge à l'interface fibre/matrice des composites chanvre/époxy ont été étudiés grâce à des essais spécifiques instrumentés par photoélasticimétrie et corrélation d'images numériques. Les résultats de l'étude expérimentale ont montré une contrainte critique de cisaillement interfacial plus faible dans les composites chanvre/époxy que dans les composites verre/époxy. Les simulations numériques des tests de fragmentation ont fourni une estimation correcte de cette grandeur sur éprouvette monofilamentaire chanvre/époxy. Des tests d'optimisation ont également été réalisés en effectuant des traitements thermiques et chimiques des renforts.

Mots clés : composite, endommagement, interface, émission acoustique, corrélation d'images numériques, éléments finis, chanvre, verre.

Multi scale analysis of damage mechanisms in hemp woven fabric/epoxy composites. Characterisation of fibre/matrix interface.

The mechanical behaviour of hemp woven fabric/epoxy composites has been studied through tensile tests at the composite constituent scales. The variability of natural fibres has been considered thanks to statistical analyses. It has been integrated in an analytical modelling which has allowed to determine the mechanical properties of composites from elementary components ones.
Damage mechanisms have been tracked with microscopic observations coupled with acoustic emission and stiffness loss measurements. Results have shown that the growth of damage is faster in $[-45/+45]_7$ and $[0/90]_7$ hemp/epoxy composites than in glass/epoxy ones, for the same fibre volume fraction. Moreover, fibre/matrix interface damage are the earliest and the most numerous damage in hemp/epoxy composites.
The interfacial properties and the stress transfer at fibre/matrix interface in hemp/epoxy composites have been studied thanks to specific tests using photoelasticity and digital image correlation methods. Results have shown that the critical interfacial shear strength is lower for hemp/epoxy composites than for glass/epoxy ones. Numerical simulation of the fragmentation tests provides a correct estimation of this data for single hemp yarn specimen. Optimisation tests have also been realised applying thermal and chemical treatments of reinforcement.

Keywords : composite, damage, interface, acoustic emission, digital image correlation, finite element, hemp, glass.