



**HAL**  
open science

# Comportements mécanique et hydrique des composites renforcés par des fibres naturelles et/ou conventionnelles

Meriem Fehri

► **To cite this version:**

Meriem Fehri. Comportements mécanique et hydrique des composites renforcés par des fibres naturelles et/ou conventionnelles. Génie mécanique [physics.class-ph]. Normandie Université; Université de Sfax (Tunisie), 2018. Français. NNT : 2018NORMC215 . tel-01871108

**HAL Id: tel-01871108**

**<https://theses.hal.science/tel-01871108v1>**

Submitted on 10 Sep 2018

**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.



Normandie Université

## THESE

**Pour obtenir le diplôme de doctorat**

**Spécialité Mécanique des Solides, Génie Mécanique, Productique, Transport et Génie Civil**

**Préparée au sein de l'Université de Caen Normandie**

**En partenariat international avec l'Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax- Tunisie**

**comportements mécanique et hydrique des composites renforcées par des fibres naturelles et/ou conventionnelles**

**Présentée et soutenue par  
Meriem FEHRI**

**Thèse soutenue publiquement le 23 Mai 2018  
devant le jury composé de**

M. Ali ZGHAL	Professeur Ecole Nationale Supérieure des Ingénieurs de Tunis-ENSIT	Rapporteur
M. Mustapha ASSARAR	MCF HDR Université de Reims Champagne Ardenne	Rapporteur
Mme. Fabienne TOUCHARD	Chargé de recherches, HDR Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique	Examinatrice
M. Abderrahim EL MAHI	Professeur des universités Université du Maine	Examineur
M. Alexandre VIVET	MCF HDR Université de Caen-Normandie	Co-Directeur de thèse
M. Fakhreddine DAMMAK	Professeur Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax- ENIS	Co- Directeur de thèse

**Thèse dirigée par  
Alexandre VIVET- Laboratoire CIMAP**



UNIVERSITÉ  
CAEN  
NORMANDIE



CiMap

---

---

**Résumé** : Ce travail a pour but de mettre en lumière le comportement mécanique des composites renforcés par des fibres de lin ainsi que le comportement mécanique et hydrique des composites hybrides. Un taux de porosité élevé observé chez ces matériaux conduit à une dégradation des propriétés mécaniques. Des essais de traction et de flambement avec suivi par émission acoustique ont permis d'identifier les mécanismes d'endommagements qui règnent dans ces matériaux et à mettre en évidence leur chronologie d'apparition. Des observations microscopiques des faciès de rupture ont permis de valider ces résultats. Une optimisation des propriétés mécaniques, notamment en terme de réduction du taux de porosité a été testée, en insérant des fibres de carbone dans la structure. Les résultats ont montré que la position des fibres de carbone est primordiale dans l'amélioration des propriétés hydriques et mécaniques.

**Mots clés**: composites, fibres naturelles, fibres de lin, traction, flambement, émission acoustique, hybridation, sorption.

**Abstract**: This work aims to study the mechanical behavior of composites reinforced by flax fibers as well as the mechanical and water behavior of hybrid composites. A high porosity rate observed in these materials leads to a degradation of the mechanical properties. Tensile and buckling tests with acoustic emission monitoring have identified the mechanisms of damage that reign in these materials and highlight their chronology appearance. Microscopic observations of fracture facies validated these results. An optimization of the mechanical properties, particularly in terms of reducing the porosity rate, has been tested by inserting carbon fibers in the structure. The results showed that the position of carbon fibers is essential in the improvement of water and mechanical properties.

**Key-words**: composites, natural fibres, flax fibres, tensile, buckling, acoustic emission, hybridization, sorption.

---

---

## *DEDICACE*

*J'ai l'honneur de dédier ce travail*

*À mes chers parents*

*Pour leur amour, leur soutien, leur sacrifice et tout ce qu'ils m'ont  
apporté*

*Qu'ils trouvent dans ces mots l'expression de ma profonde gratitude.*

*Je leurs dédie ce travail en signe d'une sincère reconnaissance*

*A mon cher frère et ma chère sœur*

*Je vous souhaite une vie pleine de joie, de bonheur et de réussite.*

*A tous les membres de ma grande famille*

*Qui ont toujours été affectueux et serviables*

*En témoignage de mon amour, je vous souhaite la bonne santé.*

*À tous mes fidèles amis pour leur aide et leur encouragement,*

*À tous ceux qui me sont chers*

*Que ce travail soit l'expression de ma vive gratitude et de mon profond  
attachement.*

---

# Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé entre 2014 et 2018 au sein du Laboratoire CIMAP de l'université de Caen-Normandie et le laboratoire LA2MP de l'Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax en Tunisie.

Je tiens à remercier mon co-directeur de thèse M. Alexandre VIVET pour ses conseils avisés, son enthousiasme et son encouragement tout au long de ma thèse ainsi que pour la liberté et l'autonomie qu'il m'a accordé dans la gestion de mes travaux de recherche. Je remercie également mon co-directeur de thèse Fakhreddine DAMMAK et Mohamed Haddar, co-encadrant et directeur du laboratoire LA2MP à Sfax, pour tout le soutien et l'accompagnement dont ils ont fait preuve au cours de ma thèse. Je tiens à leur exprimer ma reconnaissance pour leur patience, relecture et nombreuses remarques et corrections concernant mon manuscrit...

Je tiens par ailleurs à remercier toute l'équipe du CIMAP-site d'Alençon qui a été toujours là pour m'apporter un coup de main pour les essais expérimentaux mais aussi dans la partie d'analyse. Florian qui a été toujours à l'écoute et qui m'a fait partager son savoir et ses compétences. Olivier pour l'aide accordée dans ma partie expérimentale. Christophe avec ses remarques pertinentes et tous les autres enseignants et doctorants Marwa, Ranim, Etonam et Viwanou que j'ai eu le plaisir de côtoyer pendant ma thèse.

Je souhaite exprimer mes remerciements à tous les techniciens de l'IUT d'Alençon pour leur disponibilité, leurs compétences et leur sympathie.

Je remercie chaleureusement tous les membres de l'administration de l'IUT qui m'ont toujours accompagné dans mes démarches et m'ont bien guidé.

Un grand merci à tous les doctorants et le staff du laboratoire LA2MP à Sfax en Tunisie. Une ville que j'ai découverte grâce à cette thèse et qui m'a bien ouvert ses bras. Je remercie tous mes amis là-bas qui m'ont bien accueilli. Je tiens à exprimer ma grande reconnaissance à Noura, mon amie et colocataire à Sfax pour son aide et son coup de main tout au long de ce parcours.

Finalement, merci aux membres de jury : M. Assarar et M. Zghal pour leur lecture minutieuse de ce manuscrit de thèse, au président M. El Mahi et Mme. Touchard pour avoir accepté d'évaluer ce travail.

---

# Sommaire

Introduction générale .....	1
<b>Chapitre 1. Bibliographie et état d'art</b>	
<b>1. Matériaux .....</b>	<b>5</b>
1.1. Constituants .....	5
1.2. Orientation et disposition.....	6
<b>2. Composites à renforts de fibres naturelles .....</b>	<b>7</b>
2.1. Fibres végétales : provenance et classification .....	7
2.2. Fibres de lin : parcours et caractéristiques .....	8
2.2.1. Origine et procédé d'obtention.....	9
2.2.2. Structure et composition .....	10
2.2.3. Comportement et propriétés des fibres de lin.....	11
2.3. Comportement mécanique des composites renforcés par des fibres de lin .....	14
2.3.1. Comportement en traction.....	14
2.3.2. Comportement en flexion.....	15
2.3.3. Cisaillement et liaison fibre/matrice .....	15
2.4. Traitements chimiques et amélioration des propriétés des fibres de lin .....	16
<b>3. Effet de l'hybridation .....</b>	<b>17</b>
<b>4. Mécanismes d'endommagement observés dans les composites stratifiés .....</b>	<b>18</b>
4.1. Fissuration matricielle.....	18
4.2. Décohésion fibre-matrice .....	19
4.3. Rupture des fibres .....	20
4.4. Délaminage.....	20
<b>5. Théorie de la sorption d'humidité par les fibres végétales et leurs composites .....</b>	<b>21</b>
5.1. Mécanisme physique de sorption de l'eau par les fibres végétales.....	21
5.2. Cinétique et mécanisme d'absorption d'eau par les composites .....	22
5.2.1. Modèle de diffusion de Fick.....	23
5.2.2. Effets des paramètres environnementaux et structuraux du composite.....	26
<b>6. Emission acoustique .....</b>	<b>33</b>
6.1. Définition.....	33
6.2. Les caractéristiques de l'émission acoustique.....	33

---

6.3.	Paramètres caractéristiques des signaux d'émission acoustique.....	34
6.4.	Transducteurs utilisés pour l'émission acoustique.....	35
6.5.	Identification de la signature acoustique des différents modes d'endommagement .....	35
6.5.1.	Analyse monoparamétrique.....	36
6.5.2.	Analyse multiparamétrique .....	39
<b>Chapitre2. Matériaux et techniques expérimentales</b>		
1.	Matériaux et procédé de fabrication.....	44
1.1.	La matrice .....	44
1.2.	Les tissus de renfort.....	45
1.3.	Procédés d'élaboration.....	46
2.	Mesure des fractions des différents constituants .....	48
3.	Essai de sorption .....	49
4.	Essai de traction.....	50
4.1.	Préparation des échantillons.....	50
4.2.	Banc d'essai.....	52
5.	Essai de flambement.....	54
6.	Microscopie électronique .....	54
7.	Emission acoustique .....	55
<b>Chapitre 3. Comportement des composites stratifiés à renfort du lin sous traction</b>		
1.	Analyse de la microstructure.....	58
2.	Comportement mécanique des composites stratifiés.....	60
2.1.	Développement théorique des propriétés mécaniques .....	60
2.2.	Résultats expérimentaux des essais de traction .....	64
2.2.1.	Résultats des essais de traction sur des éprouvettes 100% matrice .....	65
2.2.2.	Résultats des essais de traction sur les fils élémentaires .....	65
2.2.3.	Résultats sur les éprouvettes stratifiées à 0° .....	66
2.2.4.	Résultats sur les éprouvettes stratifiées à 90° .....	68
2.2.5.	Analyse de la différence entre valeurs théorique et expérimentale.....	69
2.2.6.	Résultats sur les éprouvettes stratifiées à 45° .....	71
3.	Diagnostic des éprouvettes en rupture.....	73
3.1.	Analyse macroscopique de la rupture.....	73
3.2.	Analyses microscopiques de la rupture .....	74
4.	Analyse de l'endommagement par émission acoustique .....	76
4.1.	Méthodologie de classification et d'analyse.....	76

---

4.2.	<b>Résultats de la classification</b>	79
4.2.1.	Analyse des composites orientés à 0°	80
4.2.2.	Analyse des composites orientés à 90°	82
4.2.3.	Analyse des composites orientés à 45°	85
4.2.4.	Comparaison et analyse des 3 configurations	87
4.3.	Synthèse et proposition d'attribution aux mécanismes d'endommagement	88
5.	Conclusion	90
<b>Chapitre 4. Comportement des composites stratifiés à renfort du lin sous flambement</b>		
1.	Etude analytique du phénomène de flambement	93
1.1.	Présentation du problème	93
1.2.	Analyse d'Euler	94
2.	Analyse des résultats expérimentaux	96
2.1.	Cas des éprouvettes à 0°	96
2.2.	Cas des éprouvettes à 90°	97
2.3.	Cas des éprouvettes à 45°	97
3.	Calcul théorique de la charge critique et comparaison avec les résultats expérimentaux	98
4.	Diagnostic des éprouvettes endommagées sous flambement	100
4.1.	Analyse macroscopique de la rupture	101
4.2.	Analyse microscopique de la rupture	102
5.	Résultats de la classification pour les essais de flambement	104
5.1.	Analyse des éprouvettes à 0° sollicitées sous flambement	105
5.2.	Analyse des éprouvettes à 90° sollicitées sous flambement	108
5.3.	Analyse des éprouvettes à 45° sollicitées sous flambement	110
5.4.	Comparaison et analyse des 3 configurations	113
6.	Synthèse et proposition d'attribution aux mécanismes d'endommagement	113
7.	Conclusion	116
<b>Chapitre 5. Comportement hydrique et mécanique des composites hybrides</b>		
1.	Analyse des microstructures	119
2.	Absorption d'eau	121
2.1.	Conditions de vieillissement retenues	121
2.2.	Identification du comportement Fickien de la reprise d'eau	121
2.3.	Détermination des coefficients de transport d'eau dans le matériau	122
2.4.	Analyse des résultats de sorption	126
3.	Caractérisation mécanique des composites hybrides sous traction	127
3.1.	Résultats expérimentaux des essais de tractions	127

---

<b>3.2. Analyse des résultats obtenus .....</b>	<b>129</b>
<b>4. Conclusion .....</b>	<b>130</b>
<b>Conclusion générale.....</b>	<b>131</b>

---

## Liste des figures

<b>Figure 1.</b> Classification des fibres végétales .....	8
<b>Figure 2.</b> Etapes d'extraction du lin et de préparation à la filature : rouissage, teillage et peignage [19].....	10
<b>Figure 3.</b> Représentation schématique de structure de la fibre de lin [21].....	11
<b>Figure 4.</b> Micrographie MEB d'un faciès de rupture d'une fibre de lin - Mise en évidence de la structure en couches concentriques de la paroi secondaire [20] .....	11
<b>Figure 5.</b> Comparaison des propriétés mécaniques spécifiques des fibres de lin et de verre [20]....	12
<b>Figure 6.</b> Courbe contrainte-déformation d'une fibre de lin [12] .....	13
<b>Figure 7.</b> Courbe de comportement typique en traction de l'UD- lin/époxy à 0°[35] .....	14
<b>Figure 9.</b> Comportement en cisaillement de composites lin/époxy à différentes températures [39]	16
<b>Figure 10.</b> Mécanismes d'endommagement observés dans un composite stratifié [51] .....	18
<b>Figure 11.</b> Exemple de fissuration transverse de la matrice d'un stratifié [56] .....	19
<b>Figure 12.</b> Exemple de décohésion fibre-matrice d'un composite [56].....	20
<b>Figure 13.</b> Rupture de fibres suite à une fissuration transverse de la matrice d'un composite [54] .	20
<b>Figure 14.</b> Courbe de diffusion Fickienne (évolution de la teneur en humidité en fonction du temps) [71].....	25
<b>Figure 15.</b> Définition des trois coefficients de diffusion dans un matériau composite à fibre continue unidirectionnelle [73].....	27
<b>Figure 16.</b> Loi d'Arrhenius des coefficients de diffusion d'un composite fibre ce coco/PP en fonction de la température à différent taux de fibre [65] .....	29
<b>Figure 17.</b> Effet du degré d'humidité sur la teneur à saturation d'un composite renforcés par des fibres de sisal [76].....	29
<b>Figure 18.</b> Effet de l'absorption d'eau sur la résistance à la traction des composites sisal/PP avec différents taux de fibre, à une température de 28°C [68].....	31
<b>Figure 19.</b> Dispositif expérimental de l'émission acoustique [88] .....	33
<b>Figure 20.</b> Deux types d'émission acoustique : (a) continue, (b) discrète [89] .....	34
<b>Figure 21.</b> Principaux paramètres d'une salve d'émission acoustique [91].....	34
<b>Figure 23.</b> Principales études du contenu fréquentiel des signaux d'EA trouvées dans la littérature [108].....	39
<b>Figure 24.</b> Évolution simultanée de la rigidité et de la température de la matrice durant la polymérisation.....	44

---

<b>Figure 25.</b> (a) Tissu de lin, (b) Tissu de carbone .....	45
<b>Figure 26.</b> Observation détaillée de l'architecture du tissu.....	45
<b>Figure 27.</b> Modèle numérique du tissu de lin.....	46
<b>Figure 29.</b> Procédé du moulage sous vide.....	48
<b>Figure 30.</b> Cycle de post-cuisson .....	48
<b>Figure 31.</b> Représentation schématique des plaques utilisées pour étudier la diffusion de l'humidité dans les composites.....	49
<b>Figure 32.</b> (a) plaque dont les bords couverts de silicone, (b) plaques immergées dans un bac d'eau .....	50
<b>Figure 33.</b> Moule pour fabrication des éprouvettes en matrice.....	51
<b>Figure 34.</b> Géométrie des éprouvettes en matrice.....	51
<b>Figure 35.</b> Géométrie et paramétrage des éprouvettes de traction (unité en mm) .....	52
<b>Figure 36.</b> (a) Montage pour l'essai de traction sur les fils, (b) zoom sur la mise en place de l'échantillon .....	53
<b>Figure 38.</b> Dispositif expérimental des observations microscopiques. ....	54
<b>Figure 40.</b> Paramètres d'acquisition des salves acoustiques [91] .....	56
<b>Figure 41.</b> Observations microscopiques effectuées sur un échantillon (a) vue globale du composite, (b) présence d'une porosité débouchante, (c) présence d'une craquelure sur la surface .....	59
<b>Figure 42.</b> Courbe contrainte-déformation de la matrice époxy .....	65
<b>Figure 43.</b> Courbe force-déplacement des fils élémentaires (a) fil blanc, (b) fil marron.....	66
<b>Figure 44.</b> Courbe contrainte-déformation des éprouvettes à 0° .....	67
<b>Figure 45.</b> Évolution de la contraction transversale en fonction de la déformation longitudinale pour les éprouvettes à 0° .....	67
<b>Figure 46.</b> Courbe contrainte-déformation des éprouvettes à 90° .....	68
<b>Figure 47.</b> Évolution de la contraction transversale en fonction de la déformation longitudinale pour les éprouvettes à 90° .....	68
<b>Figure 48.</b> Embuvage d'un tissu [123].....	70
<b>Figure 49.</b> Courbe contrainte-déformation des éprouvettes à 45° .....	71
<b>Figure 51.</b> Fronts de rupture d'éprouvettes composites dans les différentes configurations (a) sens 0° et 90°, (b) sens 45° .....	74
<b>Figure 53.</b> Observation microscopique du délaminage.....	75
<b>Figure 54.</b> Observation microscopique des ruptures des fils .....	75
<b>Figure 55.</b> Endommagement des fibres constituant le fil.....	76

---

<b>Figure 56.</b> Les différentes étapes de la classification A) supervisée, B) non supervisée [135] .....	77
<b>Figure 57.</b> Recherche du nombre de classes minimisant le coefficient de $R_{DB}$ (D&B).....	80
<b>Figure 58.</b> Analyse des données d'émission acoustique des éprouvettes à $0^\circ$ . (a) représentation des évènements en amplitude/déformation, (b) chronologie d'apparition et évolution des classes, (c) analyse en composantes principales, (d) énergie acoustique cumulée des différentes classes .....	81
<b>Figure 59.</b> Évolution simultanée de la contrainte et de l'énergie acoustique cumulée des éprouvettes à $0^\circ$ .....	82
<b>Figure 60.</b> Analyse des données d'émission acoustique des éprouvettes à $90^\circ$ . (a) représentation des évènements en amplitude/déformation, (b) chronologie d'apparition et évolution des classes, (c) analyse en composantes principales, (d) énergie acoustique cumulée des différentes classes. ....	83
<b>Figure 61.</b> Évolution simultanée de la contrainte et de l'énergie acoustique cumulée des éprouvettes à $90^\circ$ .....	84
<b>Figure 62.</b> Analyse des données d'émission acoustique des éprouvettes à $45^\circ$ . (a) représentation des évènements en amplitude/déformation, (b) chronologie d'apparition et évolution des classes, (c) analyse en composantes principales, (d) énergie acoustique cumulée des différentes classes .....	85
<b>Figure 63.</b> Évolution simultanée de la contrainte et de l'énergie acoustique cumulée des éprouvettes à $45^\circ$ .....	86
<b>Figure 64.</b> Caractéristiques moyennes de différentes classes obtenues pour l'essai de traction.....	88
<b>Figure 65.</b> Élément de poutre .....	93
<b>Figure 66.</b> Courbe charge-déplacement relatif correspondant aux éprouvettes à $0^\circ$ .....	97
<b>Figure 67.</b> Courbe charge-déplacement relatif correspondant aux éprouvettes à $90^\circ$ .....	98
<b>Figure 69.</b> Profils des zones endommagées des éprouvettes à $0^\circ$ et $90^\circ$ (a) rupture transverse, (b) délaminage .....	101
<b>Figure 70.</b> Front de rupture à $\pm 45^\circ$ .....	101
<b>Figure 71.</b> Exemples de fissuration matricielle obtenue par observation microscopique. (a) coupe d'une éprouvette, (b) propagation d'une fissuration.....	102
<b>Figure 74.</b> Observations microscopique du délaminage .....	104
<b>Figure 75.</b> Rupture des plis extérieurs.....	104
<b>Figure 77.</b> Analyse des données d'émission acoustique des éprouvettes à $0^\circ$ . (a) représentation des évènements en amplitude/déformation, (b) chronologie d'apparition et évolution des classes, (c) analyse en composantes principales, (d) énergie acoustique cumulée des différentes classes .....	107
<b>Figure 78.</b> Évolution simultanée de la charge et de l'énergie acoustique cumulée des éprouvettes à $0^\circ$ sollicitées sous flambement.....	108

---

<b>Figure 79.</b> Analyse des données d'émission acoustique des éprouvettes à 90°. (a) représentation des évènements en Amplitude/déformation, (b) chronologie d'apparition et évolution des classes, (c) analyse en composantes principales, (d) énergie acoustique cumulée des différentes classes .....	109
<b>Figure 80.</b> Évolution simultanée de la charge et de l'énergie acoustique cumulée des éprouvettes à 90° sollicitées sous flambement.....	110
<b>Figure 81.</b> Analyse des données d'émission acoustique des éprouvettes à 45°. (a) représentation des évènements en amplitude/déformation, (b) chronologie d'apparition et évolution des classes, (c) analyse en composantes principales, (d) énergie acoustique cumulée des différentes classes .....	111
<b>Figure 82.</b> Évolution simultanée de la charge et de l'énergie acoustique cumulée des éprouvettes à 45° sollicitées sous flambement.....	112
<b>Figure 83.</b> Caractéristiques moyennes des quatre classes obtenues pour l'essai de flambement ...	114
<b>Figure 84.</b> Fractions volumiques des différentes plaques élaborées .....	120
<b>Figure 85.</b> Régression linéaire des mesures de sorption d'eau pour déterminer les paramètres n et k de la cinétique de sorption des différents séquences d'empilement .....	122
<b>Figure 86.</b> Ajustement du modèle de diffusion de Fick aux résultats expérimentaux de l'absorption d'eau par les stratifiés (a) [L <sub>4</sub> ] <sub>s</sub> , (b) [L/C/L/C] <sub>s</sub> , (c) [C/L/C/L] <sub>s</sub> et (d) [C/C/ L/L] <sub>s</sub> .....	124
<b>Figure 87.</b> Corrélation entre le coefficient de sorption et le taux de porosité.....	125
<b>Figure 88.</b> Taux de porosité et teneur en saturation de chaque séquence d'empilement .....	126
<b>Figure 89.</b> Courbe déformation-contrainte des différents stratifiés hybrides .....	128

---

## Liste des tableaux

<b>Tableau 1.</b> Propriétés mécaniques de quelques fibres conventionnelles [3] [4] .....	5
<b>Tableau 2.</b> Composition chimique de fibres végétales [16].....	8
<b>Tableau 3.</b> Taux volumiques des différents constituants du composite.....	58
<b>Tableau 4.</b> Propriétés mécaniques de la matrice époxy .....	65
<b>Tableau 5.</b> Propriétés mécaniques des fils du sens chaîne.....	66
<b>Tableau 6.</b> Propriétés mécaniques des fils du sens trame .....	66
<b>Tableau 8.</b> Propriétés mécaniques obtenues expérimentalement durant un essai de traction sur les éprouvettes à 90° .....	69
<b>Tableau 9.</b> Ecart entre valeurs expérimentale et théorique des propriétés mécaniques dans le sens 0° et 90° .....	69
<b>Tableau 10.</b> Propriétés mécaniques obtenues expérimentalement durant un essai de traction sur les éprouvettes à 45° .....	72
<b>Tableau 12.</b> Distribution des paramètres des signaux des éprouvettes à 90° suivant les classes .....	84
<b>Tableau 13.</b> Distribution des paramètres des signaux des éprouvettes à 45° suivant les classes .....	87
<b>Tableau 14.</b> Principales caractéristiques mécaniques des stratifiés 100% lin .....	99
<b>Tableau 15.</b> Comparaison entre valeurs théoriques et expérimentales .....	100
<b>Tableau 16.</b> Distribution des paramètres des classes d'endommagement des éprouvettes à 0° sollicitées sous flambement .....	108
<b>Tableau 17.</b> Distribution des paramètres des classes d'endommagement des éprouvettes à 90° sollicitées sous flambement .....	110
<b>Tableau 18.</b> Distribution des paramètres des classes d'endommagement des éprouvettes à 45° sollicitées sous flambement .....	113
<b>Tableau 20.</b> Répartition des épaisseurs suivant les séquences d'empilement .....	120
<b>Tableau 21.</b> Ajustement de l'essai de sorption avec le modèle de Fick .....	122
<b>Tableau 22.</b> Valeurs des coefficients de diffusion, sorption et perméabilité selon les séquences d'empilement .....	126
<b>Tableau 24.</b> Propriétés mécaniques des composites hybrides lin-carbone/époxy .....	128



## Introduction générale

Les matériaux composites sont de plus en plus utilisés dans la réalisation de pièces structurales de dimensions diverses dans plusieurs secteurs industriels tels que la construction automobile, le nucléaire ou bien le génie biomédical. En fait, l'alternative de remplacer des matériaux métalliques par des composites dans ces domaines d'application est encouragée par l'allègement des structures tout en gardant des propriétés mécaniques égales voir supérieures. Vu le coût de production généralement élevé de ces matériaux, des efforts particuliers sont fournis afin de réduire ces coûts et d'optimiser les processus d'élaboration. Un autre aspect important est le comportement à long terme de ces matériaux. Des travaux ont été menés ces dernières années pour prolonger la durée de vie des structures en matériaux composites et prévoir leur rupture le cas échéant. D'une manière globale, la longévité de ces matériaux hétérogènes et complexes n'est pas encore maîtrisée alors qu'elle est au cœur des débats sur la sécurité des grandes structures notamment dans le domaine aéronautique, spatial et nucléaire. Depuis quelques années, l'insertion d'agrossources dans la fabrication de matériaux structuraux connaît un intérêt de plus en plus important, justifié principalement par des considérations écologiques et économiques. Dans ce contexte d'écoconception, le développement de nouveaux matériaux totalement ou partiellement bio-sourcés, tels que les matériaux composites renforcés par des fibres naturelles, est donc aujourd'hui un enjeu scientifique majeur.

Dans le présent travail, le choix du renfort s'est porté sur le lin, ce dernier présente une alternative très intéressante, vu les avantages qu'il présente de par ses caractéristiques mécaniques très concurrentes des fibres conventionnelles telles que le verre et par sa disponibilité géographique. Toutefois, cette fibre présente plusieurs difficultés quant à son insertion dans d'éventuels matériaux composites. On cite notamment une sensibilité importante aux conditions environnementales telles que la température ou bien l'humidité. C'est principalement cette dernière qui pose le plus de problèmes. Etant donné que les fibres de lin sont très hydrophiles, elles ont tendance à capter l'humidité ambiante et à gonfler. Ce point influence ultérieurement la qualité de l'interface et l'adhésion entre fibres et matrice, accentuant ainsi le taux de porosité.

Le tissu de lin utilisé dans l'élaboration des composites dans ce travail de recherche présente plusieurs caractéristiques morphologiques particulières, notamment un taux de vide assez important, estimé à 35%, et un entrelacement assez particulier entre les fils de chaîne et de trame. Cette architecture va

favoriser la création des cavités dans le matériau durant la mise en œuvre et ces dernières peuvent être d'éventuelles sources de propagation d'endommagement par la suite.

L'objectif général de cette thèse est d'apporter des informations sur le comportement mécanique et hydrique des composites renforcés par des fibres naturelles et/ou conventionnelles. La problématique originale proposée dans ce travail est premièrement de s'intéresser à l'impact du fort taux de porosité sur les propriétés hydriques et mécaniques des composites renforcés par des fibres naturelles, deuxièmement d'identifier les endommagements résultant de deux modes de sollicitation mécanique (traction et flambement) et de quantifier leur cadence d'apparition et leur criticité, troisièmement d'explorer le potentiel de l'hybridation des renforts lin avec un renfort conventionnel de fibre de carbone.

Le premier chapitre présente une étude bibliographique sur les composites à renfort de fibres naturelles et particulièrement les fibres de lin dont on trace le parcours et expose la composition et les propriétés. Ensuite, on présente le comportement des composites à base des fibres de lin sous différentes sollicitations mécaniques (traction, flexion, fatigue...). Un état d'art des modes d'endommagements observés dans ce type de matériaux est également fait. Enfin, on s'intéresse à l'émission acoustique comme méthode de détection des endommagements indirecte et non destructive, avec une synthèse de son principe et des paramètres influents.

Le deuxième chapitre s'intéresse aux matériaux et techniques expérimentales utilisées tout au long de la thèse, et ceci en décrivant les procédures d'élaboration des stratifiés, les équipements et les conditions expérimentales des différents essais.

Le troisième chapitre se focalise sur l'identification des propriétés mécaniques et des modes d'endommagement des éprouvettes stratifiées à base de renfort tissé en lin sous traction. Une analyse du comportement mécanique de ces stratifiés a été effectuée en confrontant les résultats expérimentaux aux résultats issus d'un modèle théorique puis en exploitant les informations collectées par émission acoustique en essayant de les discrétiser et de les associer à des modes d'endommagement.

Le quatrième chapitre est consacré à l'étude du comportement en flambement des composites étudiés. On présente successivement une étude analytique du problème puis les résultats expérimentaux afin d'être comparés aux valeurs théoriques et finalement faire l'inventaire des causes qui ont pu générer

un écart entre les deux. Un suivi par émission acoustique a été effectué également, on a essayé à partir des signaux d'émission acoustique d'identifier les mécanismes d'endommagement parallèlement avec une étude microscopique au MEB.

Enfin, le cinquième chapitre est consacré à l'étude des matériaux hybrides. Il s'agit de stratifiés renforcés en alternant des plis de renfort tissés en carbone ou en lin. Plusieurs séquences d'empilement ont été testées. Une caractérisation du comportement hydrique a été menée ainsi qu'une caractérisation mécanique via des essais de traction. Un taux de porosité important a été trouvé dans ces matériaux, variant toutefois d'une séquence à une autre. Le but est de mettre en évidence la corrélation entre la séquence d'empilement, la porosité et les propriétés mécaniques et hydriques des matériaux testés.

# **Chapitre 1. Bibliographie et état d'art**

## 1. Matériaux

### 1.1. Constituants

On appelle de manière courante « un matériau composite », l'association d'au moins deux matériaux constituants, généralement distingué en matrice et renfort. Pour les composites techniques, le renfort se présente sous forme de fibres qui sont l'armature reprenant l'essentiel des efforts mécaniques et la matrice qui assure la cohésion et l'orientation des fibres et permet également le transfert des charges mécaniques entre fibres ainsi que la résistance au cisaillement [1]. Les propriétés mécaniques des composites sont donc directement liées aux caractéristiques de ses composants élémentaires ainsi qu'à la qualité de l'interface fibre-matrice. Par exemple la rigidité du matériau est assurée principalement par le renfort qui possède des caractéristiques mécaniques beaucoup plus importantes que la matrice.

De nos jours, les fibres d'origine synthétique représentent la grande partie des renforts fibreux dans les composites de grande diffusion [2]. D'après le Tableau 1, il apparaît que les fibres de verre proposent un ratio performance mécanique/coût très intéressant qui permet un usage dans de nombreux secteurs industriels [3][4][5][6] ; tandis que les fibres de carbone ont des caractéristiques mécaniques plus élevées [7], ce qui explique leur utilisation dans les composites hautes performances [8].

	Verre	Carbone	Bore	Kevlar 49
Module de Young E (GPa)	72 à 73	200 à 600	400	70 à 125
Contrainte ultime en traction (MPa)	1700 à 3445	3000 à 7500	2800 à 3400	3100
Prix (euro/kg)	2 à 10	40 à 150	450	50

**Tableau 1.** Propriétés mécaniques de quelques fibres conventionnelles [3] [4]

En ce qui concerne la matrice, les plus répandues et utilisées jusqu'à ce jour sont les polymères thermodurcissables et les polymères thermoplastiques. La première famille fait intervenir une polymérisation irréversible qui conduit à un produit fini solide et infusible, et donc non transformable ce qui rend tout recyclage difficile. Les matrices thermoplastiques ont quant à elles pour base un polymère qui peut être mis en forme à l'état liquide (visqueux) à une température soit supérieure à sa température de transition vitreuse, soit supérieure à sa température de fusion ; les pièces ainsi obtenues sont soudables et donc aptes à prendre une nouvelle forme. Néanmoins, malgré cet avantage, les matrices thermodurcissables sont les plus adoptées dans le domaine des matériaux composites techniques. En effet, à cause de leur viscosité élevée, l'imprégnation du renfort fibreux avec une matrice thermoplastique à l'état fondu est délicate. Parmi les résines thermodurcissables, la famille des époxy possèdent des propriétés mécaniques supérieures aux autres.

Les composites présentent plusieurs qualités qui sont principalement la légèreté, la rigidité, la résistance ou bien le bon comportement à la fatigue. En revanche, les défauts principaux sont la sensibilité aux conditions atmosphériques (rayons UV, humidité, température), la faible tenue au feu ainsi que leur vieillissement.

Le développement des matériaux composites modernes est lié essentiellement aux besoins de plus en plus poussés de l'industrie, principalement dans les secteurs du transport tels que l'aérospatial et l'aéronautique, la défense, les articles et équipements de sport et la biomécanique. Pour les composites de grande diffusion et haute performance, leur taux de croissance est estimé entre 5 et 6% annuellement, ils présentent actuellement 4 000 000 tonnes de production dans le monde dont 1 400 000 tonnes seulement en Europe [9], leur avenir est assez fleurissant vu leurs qualités de réduction des coûts d'exploitation et surtout leur faible masse qui permet un allègement considérable des structures.

## **1.2. Orientation et disposition**

Les matériaux composites sont structurés généralement en :

- Composite à fibres courtes : fibres dispersées et noyées dans une matrice isotrope dont le comportement macroscopique est isotrope. Elles sont généralement orientées aléatoirement dans le plan.
- Composite à fibres longues : fibres longues placées dans une matrice isotrope selon une orientation bien particulière et dont le comportement macroscopique est anisotrope. Ces fibres peuvent être arrangées soit parallèlement les unes par rapport aux autres - renforcement unidirectionnel, ou bien disposées en différentes couches avec un angle prédéfini entre ses dernières- renforcement multidirectionnel.
- Stratifié : les composites stratifiés résultent de la superposition de couches successives de renforts imprégnés de résines. Les couches sont également nommées plis. Ces derniers sont formés de renforts en fibres longues liées par de la résine et qui sont disposés soit dans la même direction pour un pli unidirectionnel, soit dans deux directions différentes, appelées sens chaîne et sens trame, lorsque le pli est tissé. S'il y a autant de fibres dans les sens chaîne et trame, le pli est dit tissé équilibré. Les plis successifs sont en général orientés différemment (classiquement  $0^\circ$ ,  $45^\circ$ ,  $90^\circ$ ,  $60^\circ$ ). Cette superposition de couches permet à la structure de résister à des efforts complexes dans le plan.
- Sandwich : les structures sandwichs résultent de l'assemblage par collage ou soudure de deux peaux (ou semelles) minces sur une âme (ou cœur), plus légère et de plus faibles

caractéristiques mécaniques, qui maintient leur écartement et transmet par cisaillement les actions mécaniques d'une peau à l'autre. Parmi les âmes les plus utilisées, citons celles en nid d'abeilles, en mousse et en bois de balsa. L'avantage de telles structures est de donner une rigidité en flexion plus importante en comparaison aux matériaux composites stratifiés. Dans certains cas, l'âme est en plus utilisée pour permettre une isolation thermique, une barrière au feu...

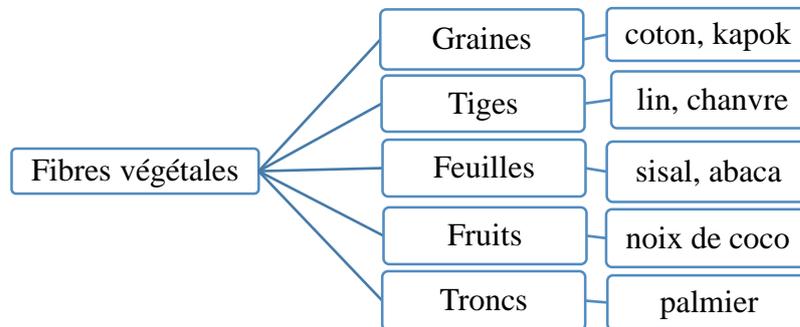
## **2. Composites à renforts de fibres naturelles**

De nos jours, les normes relatives au respect de l'environnement sont devenues de plus en plus sévères, les composites conventionnels présentent des désavantages liés à la protection de l'environnement [10][11]. En effet, la production des renforts nécessite une importante quantité d'énergie et l'utilisation de ressources non renouvelables (silice pour les fibres de verre, pétrole pour les fibres de carbone), qui s'accompagne généralement de la production de sous-produits nocifs. De plus, aucune solution écologique et économiquement viable n'existe, à l'heure actuelle, pour le retraitement des pièces en fin de vie. Ces constats ont favorisé l'émergence d'une alternative consistant à développer des matériaux élaborés avec des renforts issus de ressources naturelles renouvelables. Parmi les nombreuses variétés de fibres naturelles qui peuvent être d'origine végétale, animale ou bien minérale, seules quelques-unes possèdent des propriétés mécaniques suffisantes pour un usage comme renfort de matériaux composites. Etant les plus disponibles, les fibres végétales sont les plus couramment utilisées. Leur structure interne complexe, basée sur des fibrilles de cellulose disposées en hélice renforçant une matrice polymère, constitue en soi un matériau composite. Pour mettre en évidence l'origine de leur comportement, il est nécessaire de connaître leur microstructure, présentée de manière simplifiée dans la suite.

### **2.1. Fibres végétales : provenance et classification**

Les fibres d'origine végétale proviennent des graines (kapok, coton), des tiges (chanvre, lin, jute...), des feuilles (sisal, abaca...), des fruits et des troncs (Figure 1). Plusieurs d'entre elles sont déjà fréquemment utilisées dans l'industrie du textile [12] et l'isolation des bâtiments. L'utilisation de fibres végétales comme renfort de matériaux composites permet de valoriser et d'exploiter une ressource locale dans un pays en raison de leur abondance ainsi que de développer des matériaux et des technologies permettant de réduire les impacts sur l'environnement. Néanmoins, pour optimiser le profit environnemental, il est nécessaire d'exploiter les ressources de fibres locales. Par exemple, les fibres de lin, de chanvre et d'ortie sont produites massivement en Europe et dans les pays à climat modéré tandis que d'autres fibres tels que le jute, le sisal, le kénaf, le palmier, ou bien le bananier ont

été l'objet de plusieurs études dans les zones tropicales où elles sont cultivées en grandes quantités [13][14][15].



**Figure 1.** Classification des fibres végétales

Les fibres végétales sont principalement composées d'hémicellulose, de pectine et de cellulose (Tableau 2). Ce dernier constituant, le seul à présenter une forme cristalline, confère à la fibre ses propriétés thermomécaniques intéressantes.

<b>Fibre</b>	<b>Pectine (%)</b>	<b>Hémicellulose (%)</b>	<b>Cellulose (%)</b>
Lin	6±3	7±3	82±5
Chanvre	2,5	5,5	78,3
Jute	0,2	12	64,4
Sisal	0,8	12	65,8

**Tableau 2.** Composition chimique de fibres végétales [16]

## 2.2. Fibres de lin : parcours et caractéristiques

La première tentative d'insertion des fibres de lin dans les matériaux composites a été initiée par Ford en 1941 dans les voitures [17], et depuis, la fibre de lin connaît un essor de plus en plus fleurissant et se présente de nos jours comme la fibre végétale la plus utilisée comme renfort pour les composites destinés aux industries automobile et aérospatiale ainsi que dans les équipements sportifs. Les propriétés spécifiques des fibres de lin égalent ou dépassent celles des fibres synthétiques en particulier celles des fibres de verre [18]. Cependant, le caractère naturel de ces fibres leur confère une variabilité et une dispersion de leurs caractéristiques. Ces dernières sont reliées essentiellement aux conditions de culture, à la pluviométrie, aux techniques d'extraction ainsi qu'aux traitements chimiques que subissent les fibres par la suite.

Les fibres de lin sont majoritairement produites en Europe et particulièrement en France qui représente le principal producteur. En 2011 et selon la FAO (Food and Agriculture Organization), la

France a produit 30 % des fibres européennes de lin, soit l'équivalent de 20 % de l'ensemble de la production de lin mondiale de cette même année, une autre grande partie des fibres européennes de lin (50 %) provenait de la Russie et de la Biélorussie. Cependant, le lin d'Europe de l'Ouest (France, Belgique, Pays-Bas) est réputé pour être de la meilleure qualité. Cette distinction est le fruit de la rencontre de conditions climatiques propices (tempérées et océaniques) et de sols généreux.

### **2.2.1. Origine et procédé d'obtention**

Historiquement, la plante de lin a été découverte depuis 36 000 ans et c'est pendant l'Égypte antique que le lin connaît ses premiers usages notamment dans les filets de pêche, les cordes ou encore les voiles des navires. A l'aube du 19<sup>ème</sup> siècle, le tissage et le filage du lin connaissent une ère d'industrialisation avec la production de longues fibres décimétriques appelée « filasse » qu'on retrouve essentiellement dans l'habillement ou bien l'ameublement, pendant que les fibres courtes centimétriques (étoupes) considérées comme un sous-produit sont plutôt exploitées dans le domaine de la papeterie et dans la fabrication des textiles de moins bonne qualité. Aujourd'hui, environ 10 % des fibres de lin sont dévoués aux débouchés techniques notamment dans l'industrie de l'automobile, des équipements de sport, de la construction, du nautisme et de l'isolation.

C'est au printemps que le lin est semé, il croît assez rapidement en une centaine de jours. Il atteint déjà entre 10 et 15 cm en quelques semaines et commence alors un stade de croissance accélérée pendant une dizaine de jours qui va être déterminant pour la longueur de la tige. Selon les conditions météorologiques, la plante peut s'accroître de plusieurs centimètres par jour jusqu'à atteindre une hauteur de 70 à 80 cm. Les tiges de lin qui arrivent à maturité généralement en juillet sont ensuite récoltées et placées au sol en andains. Pour en extraire les faisceaux de fibres de la tige, deux opérations principales sont nécessaires (Figure 2) : le rouissage qui est la macération que l'on fait subir aux tiges afin de faciliter l'extraction des fibres ; puis le teillage qui comprend une série d'étapes mécaniques qui conduit à la décortication et la séparation des différents constituants végétaux. L'opération du rouissage est primordiale et influence la qualité des fibres (finesse, résistance). En effet, si le rouissage des tiges est insuffisant, leur extraction par la suite devient plus difficile, nécessitant des sollicitations et des contraintes plus fortes, ce qui peut baisser leurs performances mécaniques [19]. Une opération complémentaire de peignage a pour but d'affiner encore plus les faisceaux de fibres et d'isoler de manière plus fine les fibres longues des fibres courtes.



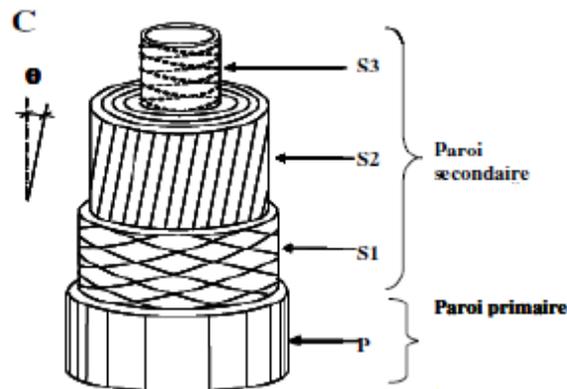
*Figure 2.* Etapes d'extraction du lin et de préparation à la filature : rouissage, teillage et peignage [19]

### 2.2.2. Structure et composition

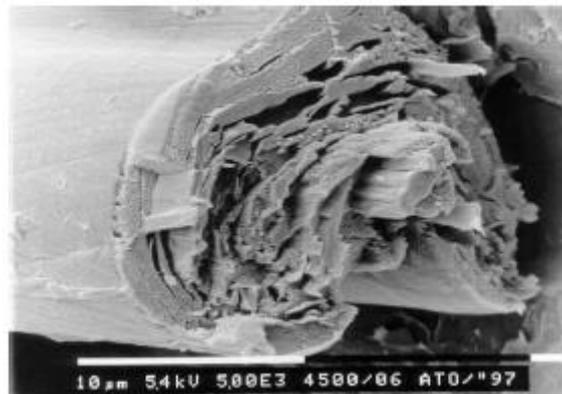
Le lin est un matériau multi-couche composé de différentes parois cellulaires et de plusieurs lamelles concentriques (Figure 3 et Figure 4) [20]. La première phase de croissance des fibres est la phase d'élongation où les fibres s'allongent avec formation d'une paroi externe assez fine. Cette paroi, appelée paroi primaire et connue pour être poreuse et élastique, englobe alors le protoplasme et le noyau. Elle contient plusieurs composants (pectines, lignines, hémicelluloses, acides phénoliques, protéines...) et un taux de cellulose entre 8 et 14 % [21]. Dans cette paroi, les microfibrilles, fortement liées aux hémicelluloses de cellulose par des liaisons hydrogène, sont orientées aléatoirement. Après la première étape d'élongation, la cellule s'épaissit suite à un nouveau dépôt de microfibrilles de cellulose pour former une paroi plus épaisse, appelée paroi secondaire. Cette 2<sup>ème</sup> paroi présente la partie majeure du volume de la fibre (5 à 15  $\mu\text{m}$  d'épaisseur) et comporte trois sous-parois S1, S2 et S3 (Figure 3). Ces sous-couches se distinguent par l'orientation des microfibrilles ainsi que leur épaisseur. Les microfibrilles sont enroulées en spirale hélicoïdale autour de l'axe de la fibre, formant par rapport à celui-ci ainsi un angle  $\theta$  appelé angle microfibrillaire. Pour les fibres de lin, la concentration de la paroi secondaire en cellulose (de 65 à 85 %) et l'angle microfibrillaire très petit de la paroi S2 ( $\sim 10^\circ$ ) [22] leur donnent une très bonne résistance mécanique. Toutefois, le diamètre des fibres de lin est assez variable et évolue énormément le long d'une fibre élémentaire avec un écart-type qui peut atteindre 20 %. Ainsi, plusieurs différences morphologiques sont notées entre les fibres et elles dépendent principalement de leur localisation dans la tige. Ces différences pourraient être associées également aux conditions de culture des fibres.

Les fibres de lin sont ainsi parmi les fibres végétales les plus riches en cellulose avec un taux compris entre 65 et 85 %. En récapitulant plusieurs résultats, Thuault [12] a démontré qu'une fibre de lin comporte 5 à 20 % d'hémicellulose, 2 à 20 % de pectines, 2 à 5 % de lignine, 8 à 10 % d'eau ainsi que des protéines et des cires dans le taux ne dépasse pas 2 %. La composition des fibres de lin n'est cependant pas toujours la même, elle est fortement liée à la variété du lin ainsi qu'aux conditions de culture et de la qualité des opérations d'extraction. Egalement, il a été démontré que la composition

peut varier selon la zone dont la fibre a été extraite, soit au sommet, soit au milieu, soit au pied des tiges [23].



*Figure 3.* Représentation schématique de structure de la fibre de lin [21]



*Figure 4.* Micrographie MEB d'un faciès de rupture d'une fibre de lin - Mise en évidence de la structure en couches concentriques de la paroi secondaire [20]

### 2.2.3. Comportement et propriétés des fibres de lin

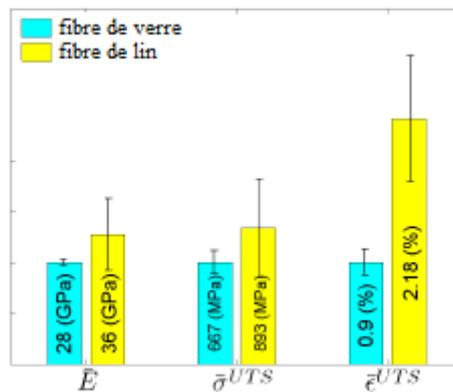
#### ➤ Paramètres influençant les propriétés mécaniques

Plusieurs facteurs et paramètres peuvent affecter les propriétés des fibres. On cite notamment l'influence des conditions de cultures de la plante pendant sa croissance (variété de semis, terrain, traitements phytosanitaires, engrais, maturité), les conditions climatiques (saison, température, pluviométrie) ainsi que les étapes d'élaboration (séchage, rouissage, teillage...). Thuault [12] a démontré qu'une température cumulée plus élevée associée à une pluviométrie abondante peut améliorer la performance mécanique du lin. Il a essayé d'identifier dans la même étude l'influence de la variété de plante, de ses composants chimiques dont la cellulose ainsi que le niveau de cristallisation de cette dernière sur le module de Young et la contrainte maximale des fibres de lin. Vu la grande dispersion des propriétés des fibres, aucune corrélation avec les paramètres étudiés n'a

pu être établie. D'autre part, la géométrie des fibres testées a un impact sur les propriétés. En fait, il est noté que le module de Young a tendance à diminuer avec le diamètre moyen [20][25][26] et la longueur [27] de la fibre. Charlet [28] a démontré que les fibres de lin, de la variété Hermès, localisées dans la zone médiane de la tige présentent, bien que de manière assez dispersée, de meilleures propriétés mécaniques.

### ➤ Propriétés mécaniques

Les travaux dont l'objet est la caractérisation des fibres élémentaires de lin montrent que celles-ci possèdent des propriétés mécaniques concurrentes de certaines fibres conventionnelles. A cela s'ajoute le fait qu'elles présentent généralement une densité assez faible, de l'ordre de 1,5, ce qui leur confère des propriétés mécaniques spécifiques comparables voire même supérieures à celles du verre [20] (Figure 5). Il faut mentionner cependant que le lin présente une très grande variabilité de ses propriétés mécaniques [6][12].



**Figure 5.** Comparaison des propriétés mécaniques spécifiques des fibres de lin et de verre [20]

Plusieurs études expérimentales se sont intéressées au comportement en traction monotone des fibres élémentaires de lin [12]. Celles-ci ont mis en évidence la non-linéarité du comportement en traction. En fait, la courbe de traction possède deux parties linéaires séparées par un domaine non-linéaire. La première partie linéaire est associée à la mise en charge globale de la fibre tandis que la seconde partie, incurvée et non-linéaire, représente l'apparition d'une déformation visco-élasto-plastique de la fibre. Elle indique un alignement progressif des microfibrilles avec l'axe de traction ainsi qu'un réarrangement des parties amorphes dans les parois cellulaires [12][20]. Enfin, la dernière partie linéaire représente la réponse élastique de la fibre dans sa nouvelle disposition microfibrillaire. Cependant, il faut mentionner que la linéarité n'implique pas un angle microfibrillaire nul.

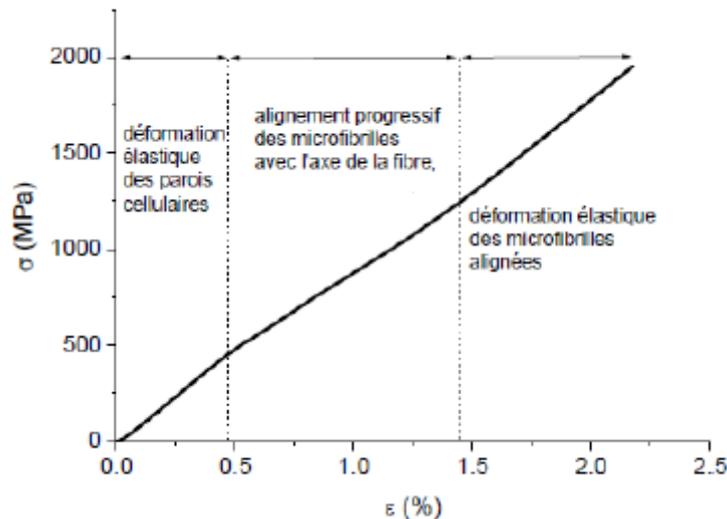


Figure 6. Courbe contrainte-déformation d'une fibre de lin [12]

### ➤ Propriétés hygrométriques

Les fibres de lin absorbent facilement l'eau et sont connues pour être très hydrophiles. Elles sont composées d'ailleurs d'une proportion non négligeable d'eau (8 à 10 %). Les composants de la fibre tels que les hémicelluloses, la lignine et les pectines ont un fort impact sur le comportement hygrométrique des fibres. Les hémicelluloses sont connues pour être très hydrophiles. Ainsi, la composition de la fibre, notamment la quantité d'hémicellulose, influence beaucoup la quantité d'eau absorbée, en plus de la structure microporeuse des fibres qui conditionne également l'absorption d'eau.

Le taux d'humidité des fibres végétales est un paramètre crucial. En effet la présence d'eau dans les fibres est susceptible de perturber les procédés de mise en œuvre avec la matrice en provoquant des variations volumiques et d'affecter la qualité de l'interface fibre/matrice ce qui accélère le vieillissement et la dégradation des composites.

### ➤ Propriétés thermiques

A l'opposé des fibres de verre qui ont la capacité de résister facilement aux températures d'élaboration des composites thermoplastiques, les fibres végétales y sont beaucoup plus sensibles. Des analyses thermogravimétriques (ATG) effectuées sur des fibres de lin à une vitesse de chauffage estimée à 10°C/min montrent que ces fibres commencent à se dégrader et à perdre leur masse à partir de 250 à 300°C [24]. La décomposition de la cellulose commence initialement dans les zones amorphes et interviendrait à partir de 300 à 350°C (comme pour la lignine), alors que la dégradation des hémicelluloses se déroulerait à des températures estimées à 250°C. Cependant, ces températures de dégradation sont mal cernées et varient beaucoup selon les conditions expérimentales ainsi que les

auteurs. On note que la décomposition du lin n'est pas liée à sa variété mais liée principalement à la vitesse de la rampe en température et à l'atmosphère sous laquelle est réalisée l'analyse thermogravimétrique [24]. Le paramètre temps est primordial car l'apparition de la décomposition chimique est liée à un effet temps-température. Une chute de la contrainte à rupture en traction de fibres unitaires de lin a déjà été notée dans le cas d'une exposition des fibres à 160°C pendant plus de 30 minutes. Pour des températures supérieures à 220°C, la détérioration en contrainte commence en revanche dès 5 minutes d'exposition [24].

### 2.3. Comportement mécanique des composites renforcés par des fibres de lin

Les renforts en fibres de lin utilisés généralement dans les matériaux composites se présentent suivant trois formes : en fibres courtes avec une longueur de l'ordre de quelques millimètres, en fibres longues unidirectionnelles, ou bien sous la forme de tissus. De nombreuses études se sont intéressées à l'élaboration de composites renforcés par des fibres de lin imprégnées dans des matrices thermodurcissables [29][30], thermoplastiques [31][32] et aussi biodégradables [31][33][34].

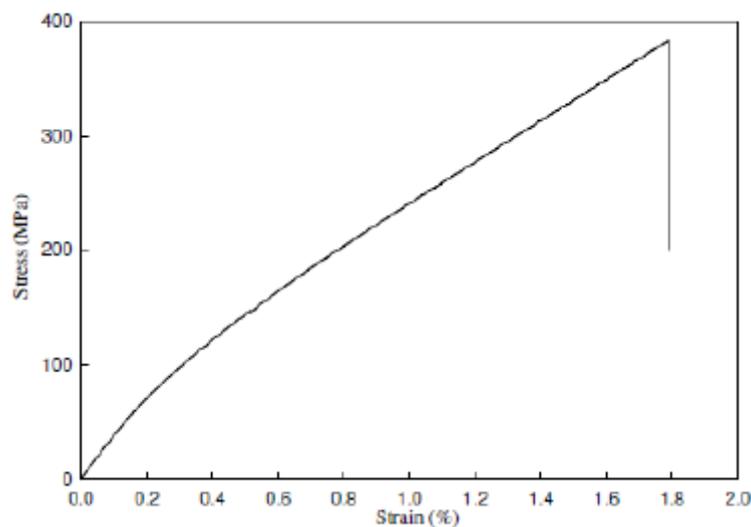


Figure 7. Courbe de comportement typique en traction de l'UD- lin/époxy à 0°[35]

#### 2.3.1. Comportement en traction

Plusieurs études ont porté sur la réponse en traction d'un composite renforcé par des fibres de lin. Ainsi, Assarar [35] a mis en évidence, pour le comportement d'un composite unidirectionnel chargé suivant la direction des fibres et dont la matrice est en époxy, que la courbe de traction présente un comportement non-linéaire (Figure 7). En fait, on peut distinguer deux parties linéaires sur la courbe de contrainte-déformation, une première partie qui est purement élastique et puis une deuxième qui représente 70 % de la courbe. Le raccordement de ces deux parties a lieu au niveau d'un point caractéristique nommé « genou » situé en général autour de 0,3% de déformation. C'est un

comportement assez éloigné de celui des composites époxy renforcé par des fibres de verre qui est linéaire jusqu'à la rupture. On peut admettre que cette bilinéarité est caractéristique des composites renforcés par des fibres longues de lin et que ceci est sûrement lié aux observations faites sur la fibre seule.

### 2.3.2. Comportement en flexion

Plusieurs études se sont également focalisées sur le comportement en flexion des composites renforcés par des fibres de lin [36][37][38]. Di Bella et al. [38] décomposent le comportement de tissus de lin imprégnés d'une matrice époxy en trois parties. Une première qui est linéaire élastique, puis une phase non-linéaire, due selon les auteurs, au réarrangement des microfibrilles et puis une dernière partie sous la forme d'un plateau au cours duquel la contrainte est quasiment stable jusqu'à la rupture (Figure 8). Les modules et contraintes maximaux en flexion sont respectivement entre 2 à 7 GPa et 35 à 80 MPa [82], et dépendent assez fortement des procédés de fabrication, des taux de fibres, de leur forme et réarrangement.

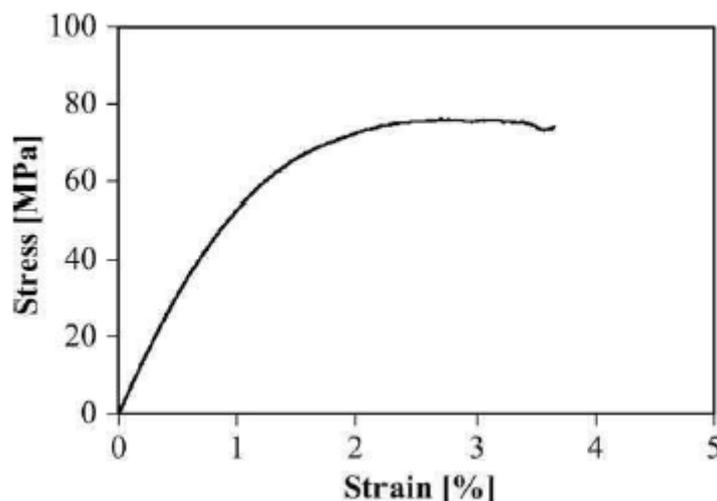
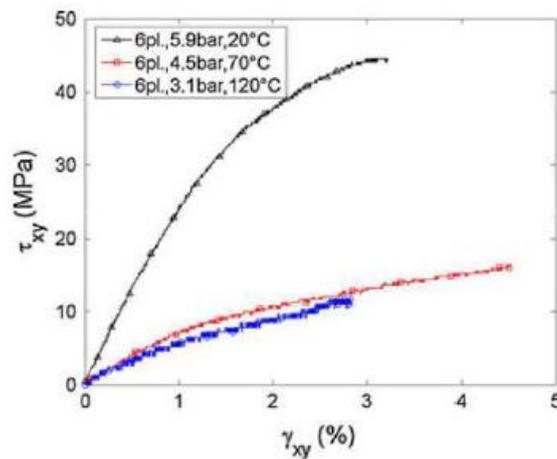


Figure 8. Comportement en flexion de composite lin/époxy [38]

### 2.3.3. Cisaillement et liaison fibre/matrice

La rupture par cisaillement et la décohésion fibre/matrice résultent du même mode d'endommagement. Dans une étude portant sur la relation entre les propriétés mécaniques et les paramètres de fabrication et d'essai, Gning et al. [39] ont analysé le comportement en cisaillement plan des composites lin/époxy par des essais de traction sur des stratifiés avec un empilement  $[\pm 45]$ . La non-linéarité du comportement est observée quelle que soit la température à laquelle les essais sont réalisés (Figure 8). Il apparaît par ailleurs, que lorsque les températures d'essais sont inférieures à celle de la transition vitreuse de la résine, les propriétés de cisaillement sont meilleures.



*Figure 8.* Comportement en cisaillement de composites lin/époxy à différentes températures [39]

#### 2.4. Traitements chimiques et amélioration des propriétés des fibres de lin

Le caractère hydrophile des fibres de lin associé avec le caractère hydrophobe des matrices thermodurcissables ou thermoplastiques rend l'accrochage des fibres à ces dernières assez difficiles ce qui affecte considérablement la qualité de la liaison fibre/matrice et rend la structure plus sensible à l'endommagement et au vieillissement. Afin d'améliorer la cohésion fibre/matrice, plusieurs traitements chimiques et traitements de surface ont été testés dans le but d'améliorer l'accroche à l'interface fibre/matrice [11][40][41][42]. Ces traitements ont pour effet d'augmenter le taux massique de cellulose en éliminant les autres composants dont les propriétés mécaniques sont plus faibles, tels que la lignine, la pectine, l'hémicellulose, etc., de favoriser la séparation des fibres élémentaires et la distribution des fibres dans la matrice (essentiellement pour les fibres courtes injectées) ainsi que d'augmenter la surface de contact fibre/matrice et de créer des liaisons chimiques plus fortes entre elles, en changeant la nature de la surface hydrophile (polaire) des fibres en surfaces hydrophobes (non polaire) ou inversement avec la matrice.

John et al. [43] ont montré que certains traitements chimiques peuvent ralentir la vitesse de prise d'eau et baisser le niveau de saturation en eau. De façon similaire, Cherif et al. [44] ont testé la mercerisation, le blanchissement et la lixiviation pour les fibres longues. Ainsi, il a été montré que ces traitements améliorent le module de rigidité et la résistance des composites renforcés par des fibres de lin et réduisent le taux de sorption d'eau. En croisant l'analyse par fluorescence à rayons X, l'analyse thermogravimétrique et l'essai de traction sur du tissu sec, ils estiment que cela est dû à une amélioration de la liaison interfaciale entre les fibres et la matrice. Les meilleures performances sont obtenues avec le blanchissement et le traitement de mercerisation.

Yan et al. [45] ont étudié l'influence des traitements alcalins sur les propriétés en traction des fils en fibre de lin. Ils ont constaté que les mécanismes d'endommagement de ces fibres sous tension se décomposent simultanément en rupture de fibre et glissement. Cependant, après le traitement alcalin, la résistance à la traction et à la flexion du composite traité de lin / époxy a augmenté de 21,9% et de 16,1%, par rapport à la matière non traitée. Notons aussi qu'après le traitement, les surfaces fracturées par traction présentent une amélioration de l'adhérence interfaciale fibre/époxy.

Arbelaiz et al. [46] obtiennent une augmentation substantielle de la contrainte ultime d'un composite à base de lin, de 40 à 60%, par modification de la matrice. Il est à pointer que, certaines techniques, notamment mécaniques, sont destinées à créer des défauts superficiels sur la fibre afin d'améliorer son accroche avec la matrice. Malgré cette fragilisation de la fibre élémentaire, le composite final peut avoir une contrainte à rupture plus élevée [47][48].

### **3. Effet de l'hybridation**

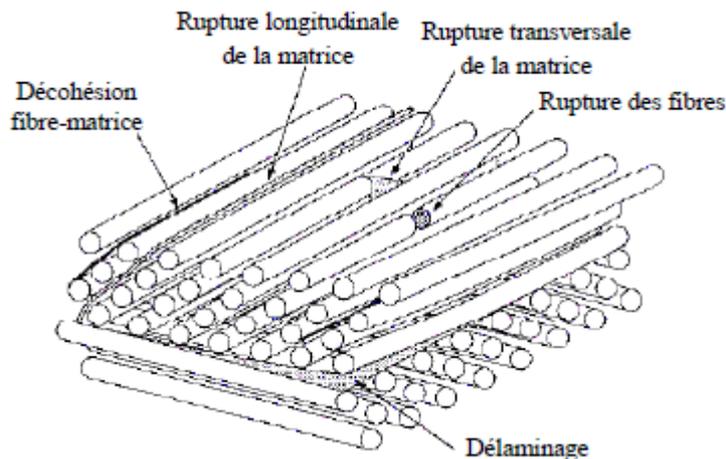
La technique d'hybridation se présente comme une solution efficace dans l'amélioration des propriétés mécaniques globales des composites renforcés par des fibres naturelles. Le principe consiste à associer des fibres synthétiques conventionnelles aux fibres naturelles afin d'améliorer son comportement sous différents types de sollicitation. Dans ce contexte, différentes études ont été réalisées ces dernières années telles que les travaux de Dhakal et al. [49] visant l'amélioration des propriétés des composites renforcés par des fibres de lin associées avec des fibres de carbone. Le comportement en traction de diverses configurations hybrides lin-carbone est évalué expérimentalement et des améliorations significatives en termes de résistance et de rigidité ont été observées. Avec 8% de carbone en volume, plus de 50% d'amélioration de résistance et de rigidité est trouvé. Avec une augmentation supplémentaire de 6% de la fraction volumique de carbone, le composite est plus de 2,3 fois plus rigide que le composite époxy/lin. Au-delà de l'augmentation remarquable des propriétés mécaniques, l'addition des fibres de carbone aux fibres naturelles réduit la dispersion des propriétés mécaniques qui découle de la variabilité des propriétés des fibres naturelles.

L'effet de l'hybridation sur la cinétique de diffusion et sur les propriétés mécaniques des composites hybrides lin-verre a été évalué également durant les travaux de El Hadi et al. [50] où des stratifiés à renfort sergé de lin et de verre ont été testés sous environnement humide. Les résultats obtenus ont montré que l'hybridation des fibres de lin et de verre associées à la résine époxy a amélioré la résistance à l'humidité du composite à fibres de lin, en réduisant aussi bien l'absorption d'eau et le coefficient de diffusion, que le gonflement de l'épaisseur. Finalement, comparé au composite à fibres

de lin, l'hybridation lin-verre a nettement réduit les pertes des propriétés mécaniques après immersion dans l'eau à 20°C.

#### 4. Mécanismes d'endommagement observés dans les composites stratifiés

L'endommagement désigne les phénomènes de création de nouvelles surfaces au sein d'un matériau sous l'effet d'un quelconque changement microstructural dans le matériau qui peut provoquer une détérioration irréversible plus ou moins importante. L'endommagement des composites peut résulter des défauts créés lors de la fabrication du matériau ou bien provenant des chargements et des sollicitations appliquées à la structure. L'endommagement engendre une diminution des caractéristiques du matériau et mène à sa ruine à long terme. Les mécanismes de dégradation se développent suivant la nature des matériaux et les conditions de sollicitation mécanique imposées [51].



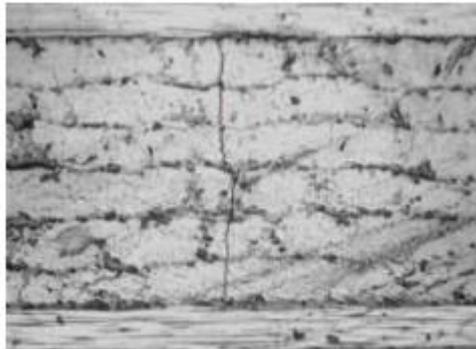
*Figure 9.* Mécanismes d'endommagement observés dans un composite stratifié [51]

Dans cette partie on s'intéressera essentiellement aux mécanismes d'endommagement observés dans les composites stratifiés qui feront l'objet de notre étude par la suite. Il a été démontré dans la littérature [52][53][54] que quel que soit le chargement mécanique que subit les composites stratifiés, leur mécanisme d'endommagement est assez typique et se manifeste principalement par de la fissuration matricielle, de la décohésion fibre-matrice, du délaminage inter plis ainsi que la rupture des fibres (Figure 9).

##### 4.1. Fissuration matricielle

L'apparition de microfissures se manifeste dans les zones où l'hétérogénéité est importante ou bien en présence d'inclusions. Ces dernières ont tendance à créer des zones de concentration de contraintes

depuis lesquelles la matrice va commencer à se fissurer. Ce phénomène se déroule en deux étapes ; en premier lieu, des microfissures apparaissent au niveau de défauts présents dans la matrice (inclusions, porosités...) puis une propagation des fissures, suivant la direction de la sollicitation, dans le sens transversal ou longitudinal des fibres [52][56][57]. Lorsque la contrainte en fond de fissure est suffisamment importante, la fissure peut entraîner, à son arrivée à une interface, une rupture de fibre ou bien un décollement interfacial (ce qui est déterminé suivant la qualité de l'interface fibre/matrice). Il arrive que certaines fissures se ferment selon le sens de la sollicitation et selon la forme de ces dernières. La fissuration transversale (Figure 11) se produit lorsque la contrainte de traction dans la matrice atteint la contrainte à la rupture de la matrice, contrairement à la fissuration longitudinale qui se produit lorsque la contrainte de cisaillement dans la matrice atteint la contrainte en cisaillement à la rupture.

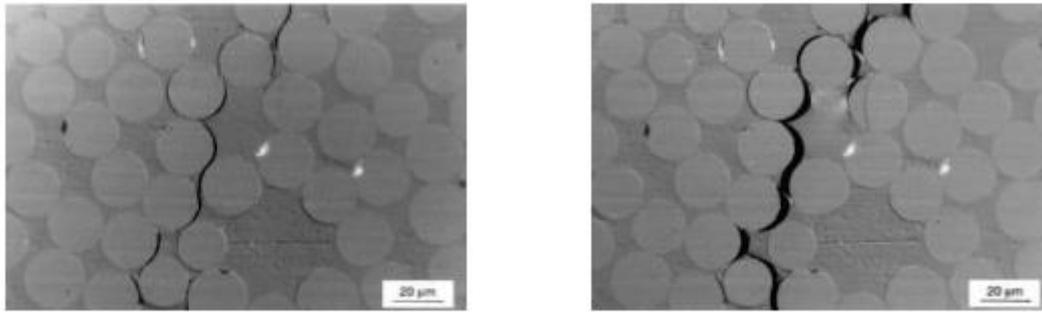


*Figure 10.* Exemple de fissuration transversale de la matrice d'un stratifié [56]

#### 4.2. Décohésion fibre-matrice

Après élaboration du matériau, l'interface fibre/matrice ne peut pas être complètement contrôlée surtout dans le cas des composites renforcés par des fibres végétales où la compatibilité chimique fibre/matrice est assez faible en général. La décohésion fibre/matrice se manifeste dans la zone de transfert des charges entre le renfort et la matrice et dépend de la résistance relative de chaque composant [55]. Selon la qualité de l'adhérence de l'interface, différents événements peuvent survenir [54][56][57] :

- si l'adhérence est très faible, la fissuration matricielle est déviée à l'interface et la décohésion fibre-matrice se propage sur une grande distance (Figure 11) ;
- si l'adhérence est très forte, il y aura une propagation de la fissure qui sera initiée soit par rupture de fibres, soit par rupture de la matrice.



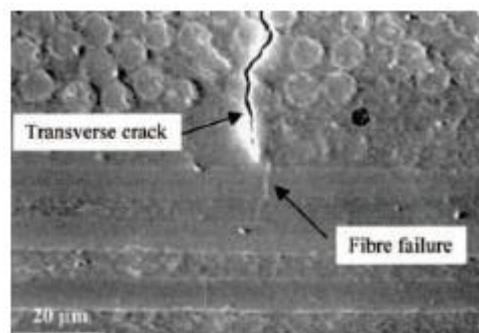
(a) décohésion fibre-matrice

(b) propagation de la décohésion

**Figure 11.** Exemple de décohésion fibre-matrice d'un composite [56]

### 4.3. Rupture des fibres

Généralement, la rupture de fibres résulte de concentrations de contraintes dues aux deux types d'endommagement décrits précédemment (fissuration matricielle et décohésion fibre/matrice), elle se produit à un niveau avancé de l'endommagement souvent dans les plis les moins désorientés par rapport à la direction de la sollicitation. Ce mode d'endommagement apparaît lorsqu'on atteint la limite de rupture des fibres. Une accumulation de plusieurs ruptures de fibres dans le matériau peut provoquer une instabilité et surtout une perte de résistance globale du matériau, ce qui conduit à la ruine et à la rupture totale de la structure [54][58] (Figure 12).

**Figure 12.** Rupture de fibres suite à une fissuration transverse de la matrice d'un composite [54]

### 4.4. Délaminage

Le délaminage est le décollement des plis au sein d'un matériau constitué d'une superposition de couches de fibres. Ce défaut est visible à l'œil nu dans plusieurs cas contrairement aux modes d'endommagement décrits précédemment. Généralement, il est le résultat d'une chronologie de divers types d'endommagement et se produit essentiellement dans les stratifiés à empilement de plis croisés à cause de la différence de module entre les couches [54][59]. Il est dû soit à une concentration de contraintes locale près des bords, soit à une densité de fissurations transversales très importante. Ce type d'endommagement contribue largement à la dégradation des propriétés mécaniques de la

structure. Le délaminage se développe donc essentiellement par fissuration interlaminaire, responsable du dédoublement du matériau composite dans son épaisseur. Du point de vue des mécanismes, les premières microfissures apparaissent à l'intérieur des plis, dans la matrice, avant que les décohésions interlaminaires ne se développent. Le rôle de la résistance à la fissuration des résines est de ce fait aussi important que celui de l'interface entre fibre et matrice dans ces problèmes de délaminage. Ce type de dommage plan qui se propage selon un front, sous sollicitations de tension et de cisaillement fait l'objet de traitements par la mécanique de la rupture.

## **5. Théorie de la sorption d'humidité par les fibres végétales et leurs composites**

Les fibres végétales, sensibles aux variations atmosphériques et connues par leur caractère hydrophile, présentent une résistance limitée à l'absorption de l'humidité. Ce problème représente un handicap majeur pour le développement des matériaux composites renforcés par ces fibres, ce qui rend important de caractériser et maîtriser le phénomène de sorption de l'humidité par les fibres végétales.

### **5.1. Mécanisme physique de sorption de l'eau par les fibres végétales**

D'après la théorie de sorption, l'absorption d'humidité par les fibres végétales est dominée par 3 mécanismes [60] :

- l'adsorption des molécules d'eau présentes sur la surface de la fibre,
- l'action capillaire à travers le lumen,
- les ponts capillaires entre les fibres.

La structure interne des fibres végétales permet de les considérer comme étant des matériaux composites où les fibrilles de cellulose constituent « le renfort », et les hémicelluloses et la lignine la matrice [61]. Les groupes hydroxyles (OH) présents à la surface des molécules des constituants des fibres végétales caractérisent le caractère hydrophile de ces derniers. En fait, les groupements hydroxyles des cristallites de cellulose attirent les molécules d'eau. La liaison qui se forme entre les molécules d'eau et les molécules de la fibre est généralement appelée « pont » ou « liaison » hydrogène [60][62].

Néanmoins, pour des raisons de configuration cristalline, il n'est pas possible de former une liaison hydrogène avec tous les groupements hydroxyles. En fait, certains groupes hydroxyles contenus dans la partie cristalline de la cellulose sont liés par des liaisons intramoléculaires et intermoléculaires [62], contrairement aux groupes OH se trouvant à la surface des cristallites de cellulose. Ces groupements

OH présents dans la partie amorphe de la cellulose, sur les chaînes d'hémicellulose ou encore entre la cellulose et l'hémicellulose, peuvent s'associer aux molécules d'eau par des liaisons hydrogène.

## 5.2. Cinétique et mécanisme d'absorption d'eau par les composites

La pénétration de l'eau au sein d'un matériau composite est conduite par trois mécanismes différents [63][64][65]. Le mécanisme principal réside dans la diffusion des molécules d'eau à l'intérieur des microcavités qui se trouvent entre les chaînes polymère. Le deuxième mécanisme est le transport capillaire dans les porosités et les défauts au niveau de l'interface fibre/matrice résultant d'une imprégnation incomplète des fibres par la matrice polymère. Ce mécanisme est assez considérable dans le cas d'une mauvaise adhésion entre les fibres et la matrice, ainsi que lors d'un éventuel décollement entre fibres et matrice. Enfin, le dernier mécanisme est le transport par les microfissures et les porosités dans la résine et formées durant la phase d'élaboration.

D'une manière générale, le comportement de diffusion au sein des polymères vitreux peut être distingué selon la mobilité relative du pénétrant et des segments du polymère. D'après une telle classification, on compte trois catégories de comportement de diffusion [63][66] :

- *cas 1 : diffusion Fickienne (contrôlée par la diffusion)*, dans laquelle la vitesse de diffusion est très faible devant celle de la mobilité des segments polymères. L'équilibre au sein du polymère est assez vite atteint et maintenu indépendamment du temps ;
- *cas 2 (et super cas 2) (contrôlée par la relaxation)*, dans lequel la mobilité du pénétrant est beaucoup plus importante que le processus de relaxation. Cette diffusion est qualifiée par le développement d'une limite entre la partie gonflée extérieure et le noyau interne vitreux du polymère. Cette limite, appelée également « front », avance à une vitesse constante tandis que le noyau se rétrécit en taille jusqu'à l'atteinte d'une concentration d'équilibre dans le polymère ;
- *diffusion non Fickienne ou anormale*, ce cas de diffusion existe lorsque la mobilité du pénétrant et la relaxation des segments polymère sont comparables. En fait, ce cas de diffusion présente un comportement intermédiaire entre les cas 1 et 2 de diffusion.

Dans le but d'étudier le mécanisme de sorption d'eau par les composites, les données récoltées expérimentalement sont ajustées avec l'équation (1.1) [66][67][68][69]:

$$\frac{M_t}{M_\infty} = k \cdot t^n \quad (1.1)$$

Cette dernière peut être également exprimée sous la forme (1.2) :

$$\log\left(\frac{M_t}{M_\infty}\right) = \log k + n \log t \quad (1.2)$$

où  $M_t$  désigne la teneur en eau à l'instant  $t$ ,  $M_\infty$  la teneur en eau à saturation tandis  $k$  et  $n$  sont constantes à déterminer. Ces dernières permettent de caractériser le mécanisme d'absorption d'eau par le composite. Leur valeur est déterminée graphiquement à l'aide d'une régression linéaire.  $k$  est un paramètre caractéristique du polymère, qui qualifie l'interaction entre celui-ci et l'eau tandis que le paramètre  $n$  permet de caractériser le mécanisme de sorption. Plusieurs cas ont été distingués :

- $n < 0,5$  : pseudo-fickien,
- $n = 0,5$  : cas 1 (Fickien),
- $0,5 < n < 1$  : anormale,
- $n = 1$  : cas 2,
- $n > 1$  : super cas 2.

Joseph et al. [68] ont mené des travaux sur des composites sisal/PP immergés dans l'eau distillée à une température de 30°C, ils ont ainsi déterminé des valeurs de  $n$  approximativement de 0,5, ce qui permet d'admettre que l'absorption d'eau obéit à un comportement Fickien. Le même comportement Fickien a été observé par Espert et al. [65] dans leurs travaux sur des composites PP/fibres végétales (sisal, coco...) dont les valeurs de  $n$  avoisinent 0,5 à différents niveaux de températures (23°C, 50°C et 70°C) et différents taux massiques de fibre (10%, 20% et 30%). Par ailleurs, Sreekala et al. [67] ont étudié les composites de phénolformaldéhyde (PF) renforcés par des fibres de palmier, les résultats obtenus sont en accord avec les résultats précédents. Ils observent un comportement Fickien avec des taux massiques de fibre qui atteignent jusqu'à 50% et pour des températures allant de 30°C à 90°C. A l'opposé, les travaux de Sreekumar et al. [69] sur des composites sisal/polyester indiquent un comportement singulier qui ne correspond pas à la cinétique Fickienne avec des valeurs de  $n$  comprises entre 0,2 et 0,3.

### 5.2.1. Modèle de diffusion de Fick

La loi de Fick établie en 1855 décrit un modèle de diffusion d'un solvant (espèce diffusante) dans un matériau solide. Il se base sur l'hypothèse que le flux  $\vec{\varphi}$  du pénétrant dans le matériau est proportionnel au gradient de concentration. La vitesse de diffusion est présentée par le coefficient de diffusion notée  $D$ . Ainsi, la première loi de Fick est caractérisée par l'équation (1.3) :

$$\vec{\varphi} = -D. \overrightarrow{\text{grad}C} \quad (1.3)$$

$D$  désigne le coefficient de diffusion exprimé en  $mm^2/s$  et  $C$  la concentration du pénétrant dans le milieu. Le signe négatif est pour indiquer que le flux est orienté des zones de concentration élevée vers les zones à concentration faible.

La seconde loi de Fick fait intervenir le facteur du temps. Selon la loi de conservation de la masse, on obtient l'équation (1.4) :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \text{div}(\vec{\varphi}) \quad (1.4)$$

Ainsi, en combinant ces équations on exprime la seconde loi de Fick (1.5) :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \text{div}(-D. \overrightarrow{\text{grad}C}) \quad (1.5)$$

Dans la suite de l'étude, afin de développer d'une manière simplifiée le modèle de la diffusion, plusieurs hypothèses sont établies :

- le coefficient de diffusion  $D$  ne dépend pas de la concentration en eau  $C$  ;
- le processus de diffusion est considéré unidirectionnel (suivant la direction latérale).

D'où, on en déduit les deux équations ci-dessous appelées lois de Fick simplifiées ((1.6) et (1.7)) :

$$\vec{\varphi} = -D. \frac{\partial C}{\partial x} \quad (1.6)$$

$$\frac{\partial C}{\partial t} = -D. \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad (1.7)$$

La diffusion Fickienne est caractérisée par deux paramètres :

- le coefficient de diffusion  $D$  qui est indépendant du temps, de l'espace ainsi que de la concentration d'eau  $C$  ;
- la teneur en eau à saturation  $M_\infty$  qui désigne le gain de masse pour un temps infini correspondant à l'équilibre, généralement exprimé en pourcentage.
- Pour parvenir à résoudre la deuxième loi de Fick, plusieurs hypothèses sont considérées :

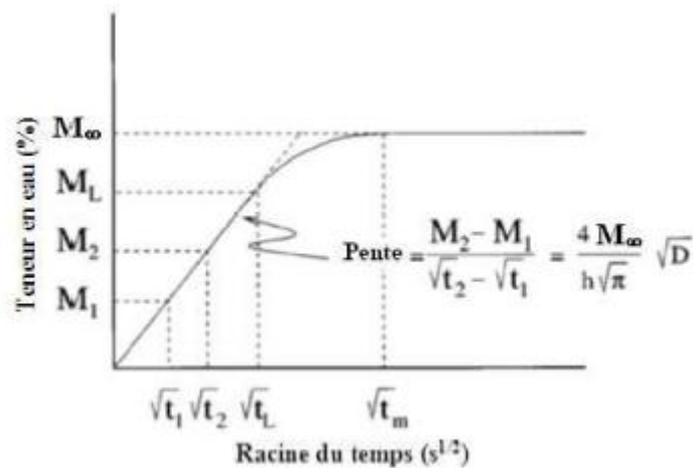
- la diffusion se produit dans une plaque plane ayant une épaisseur très faible devant les deux autres dimensions (longueur et largeur) afin de négliger les effets de bords ;
- le matériau est isotrope afin de considérer la diffusivité indépendante de la direction de diffusion.

Pour une plaque mince d'épaisseur  $h$ , la masse d'eau absorbée au cours du temps est exprimée par l'équation (1.8) :

$$\frac{M_t}{M_\infty} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^2} \exp\left(\frac{-(2n+1)^2 \pi^2 D t}{h^2}\right) \quad (1.8)$$

où  $M_t$  désigne la masse d'eau à l'instant  $t$ ,  $M_\infty$  la masse d'eau à saturation et  $D$  le coefficient de diffusion.

En se basant sur l'équation (1.8), une courbe de la reprise d'eau en fonction de la racine carrée du temps peut être tracée. Le modèle du comportement Fickien est caractérisé par deux zones : une première zone linéaire, puis une deuxième zone caractérisée par une courbe concave à l'abscisse [70] comme le montre la Figure 13. La mesure expérimentale de  $M_t$  au cours du temps permet d'en déduire le coefficient de diffusion  $D$  et la teneur en eau à saturation  $M_\infty$ .



**Figure 13.** Courbe de diffusion Fickienne (évolution de la teneur en humidité en fonction du temps) [71]

La relation (1.8) a été simplifiée par Shen et Springer [72] pour les temps courts (1.9), c'est-à-dire qui correspondent à  $\frac{M_t}{M_\infty} < 60\%$ , dans le but de modéliser la partie linéaire de la courbe  $M_t = f\left(\frac{\sqrt{t}}{h}\right)$  et ainsi d'en déduire la diffusivité  $D$  :

$$\frac{M_t}{M_\infty} = \frac{4}{h} \sqrt{\frac{Dt}{\pi}} \quad (1.9)$$

Par ailleurs, pour des temps longs où  $\frac{M_t}{M_\infty} > 60\%$ , l'équation devient (1.10) :

$$\frac{M_t}{M_\infty} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \exp\left(-\frac{D \pi^2 t}{h^2}\right) \quad (1.10)$$

Dans leurs travaux menés sur l'absorption et la désorption d'humidité dans les matériaux composites, Shen et Springer ont suggéré [72] une expression simplifiée de l'équation (1.8) :

$$\frac{M_t}{M_\infty} = 1 - \exp\left[-7,3 \left(\frac{Dt}{h^2}\right)^{0,75}\right] \quad (1.11)$$

Dewimille et Bunsell [73] ont eu recours à cette expression simplifiée dans leurs travaux sur la modélisation du vieillissement hydrothermique des composites verre/époxy.

### 5.2.2. Effets des paramètres environnementaux et structuraux du composite

L'absorption d'eau par les composites renforcés par des fibres végétales dépend de plusieurs paramètres. Ces derniers sont associés soit à la structure du composite principalement liée au renfort fibreux (taux massique en fibre, orientation des fibres, perméabilité des fibres, traitement subi et qualité de l'interface), soit aux conditions environnementales (température, degré d'humidité).

#### ➤ Influence de l'orientation des fibres

Au sein d'un composite UD fibre longue/résine, la structure est hétérogène et anisotrope. Cependant, on ne peut pas considérer le même coefficient de diffusion dans toutes les directions. Dewimille et al. [73] proposent deux coefficients de diffusion : la diffusion normale ( $D_\perp$ ) et parallèle ( $D_\parallel$ ) par rapport aux fibres ainsi qu'un troisième coefficient de diffusion ( $D_r$ ) associée à la résine par analogie aux diffusions thermique et électrique [73][74] en tenant compte de la fraction volumique des fibres  $V_f$  et en considérant un arrangement carré ou hexagonal des fibres. Dans le cas d'un arrangement carré des fibres dont le diamètre est  $d$  et la distance entre les centres des fibres est notée  $a$ , la fraction volumique des fibres est exprimée par l'équation suivante :

$$V_f = \frac{\pi d^2}{4a^2} \quad (1.12)$$

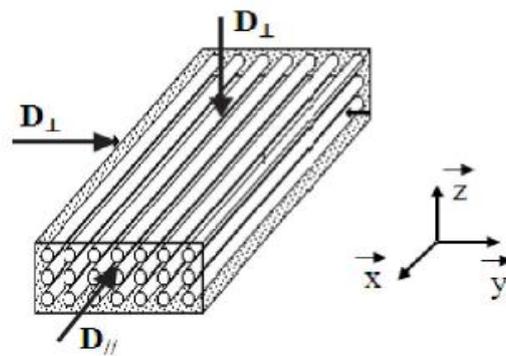
Les relations entre les coefficients de diffusion du composite (longitudinal et transversal) et de la résine ( $D_R$ ) sont ainsi exprimées par les équations (1.13) et (1.14) :

$$D_{//} = (1 - V_f) \cdot D_r \quad (1.13)$$

$$D_{\perp} = \left( 1 - 2 \sqrt{\frac{V_f}{\pi}} \right) \cdot D_r \quad (1.14)$$

Dans leurs études menées sur le vieillissement des composites renforcés par des fibres de verre, Dewimille et al. [73] ont démontré que la vitesse de diffusion selon la direction des fibres ( $//$ ) est plus importante que celle dans la direction normale aux fibres ( $\perp$ ).

Toutefois, dans le cas des composites renforcés par des fibres végétales lignocellulosiques, la situation est plus compliquée car les deux constituants du composite (matrice et fibre) interviennent dans l'absorption d'eau avec des comportements assez divergents pour chacun des composants [75][76].



**Figure 14.** Définition des trois coefficients de diffusion dans un matériau composite à fibre continue unidirectionnelle [73]

Les analyses développées pour modéliser les conductivités thermique et électrique d'un matériau composite peuvent être employées par analogie dans les phénomènes liés à la diffusion. Selon l'approche simplifiée pour un composite idéal sans porosité, le mécanisme de diffusion dépend de :

- la diffusivité de la matrice  $D_m$  et du renfort  $D_f$ ,
- les taux volumiques de la matrice  $(1-V_f)$  et du renfort  $V_f$ ,
- la distribution spatiale et l'orientation des fibres dans la matrice.

Une seconde approche estime que la diffusion effective du composite  $D_c$  dépend également des dimensions des fibres et du degré d'anisotropie entre les propriétés des fibres et de la matrice. L'influence de ces différents paramètres sur les coefficients de diffusion des composites peut être cernée en considérant les deux cas extrêmes de distribution des fibres dans un composite ; celui en parallèle et en série, permettant d'obtenir les expressions suivantes (1.15) et (1.16) :

- Cas 1 : les fibres et la matrice sont disposées en série par rapport au flux de la masse :

$$D_c = \frac{D_m D_f}{V_f D_m + (1 - V_f) D_f} \quad (1.15)$$

- Cas 2 : le flux du pénétrant est parallèle aux sections constituant du matériau dans le volume de la cellule unitaire :

$$D_c = V_f D_f + (1 - V_f) D_m \quad (1.16)$$

### ➤ Influence de la température

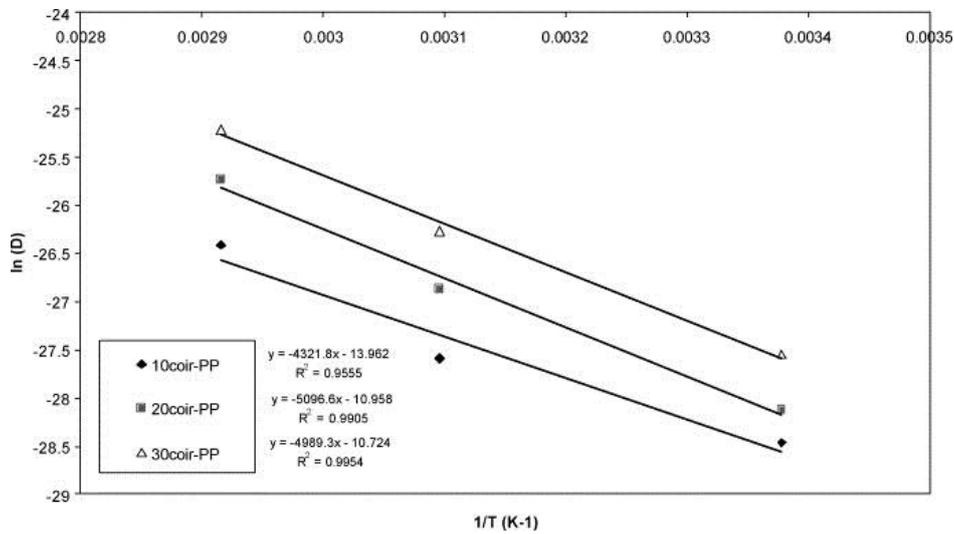
La sorption d'eau est un mécanisme faisant intervenir des phénomènes de diffusion qui s'activent thermiquement. Dans le cas de la diffusion Fickienne, le coefficient de diffusion  $D$ , paramètre principal de la caractérisation du processus de sorption d'eau, évolue en fonction de la température suivant une loi exponentielle de type Arrhenius (1.17) :

$$D = D_0 \cdot \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right) \quad (1.17)$$

où  $E_a$  désigne l'énergie d'activation,  $D_0$  est une constante appelée indice de perméabilité,  $R$  est la constante des gaz parfaits et  $T$  est la température absolue (exprimée en K).

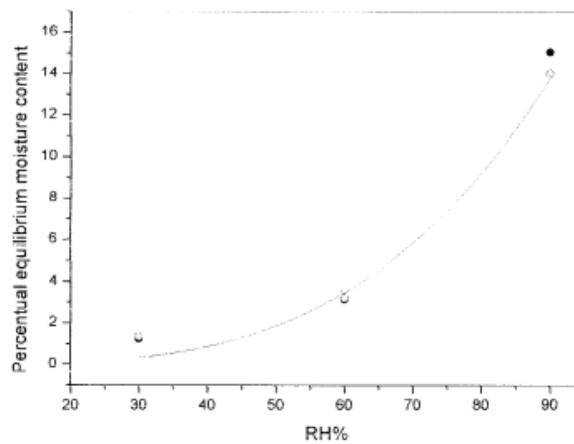
Concernant la teneur en eau à saturation  $M_{\infty}$ , elle est moins sensible, voire même insensible à la température. Plusieurs études ont démontré la relation entre diffusion et température pour des composites à fibre végétale. D'après plusieurs travaux, le coefficient de diffusion d'un composite renforcé par des fibres végétales a un ordre de grandeur à  $10^{-7} mm/s$  [77][67][69]. La Figure 15 présente un exemple de l'évolution du coefficient de diffusion  $D$  en fonction de la température  $T$  pour un composite coco/PP [65]. Dans leurs travaux sur les composites sisal/polyester, Sreekumar et al. [69] ont aussi constaté une augmentation du coefficient de diffusion  $D$  pour une température qui varie de 30°C à 90°C. La même tendance a été observée et confirmée dans les travaux de Joseph et al. [68] menés sur des composites de polypropylène renforcés par des fibres de sisal. Dhakal et al. [78] ont testé des composites chanvre/polyester et ont noté une augmentation de la pente de la partie initiale linéaire qui est reliée au coefficient de diffusion  $D$  en passant d'une température ambiante à 100°C.

Toutefois, comme il a été indiqué dans le paragraphe précédent qu'une température trop élevée peut favoriser des reprises rapides et brutales d'eau ou même des pertes de matière.



**Figure 15.** Loi d'Arrhenius des coefficients de diffusion d'un composite fibre ce coco/PP en fonction de la température à différent taux de fibre [65]

### ➤ Influence du taux d'humidité



➤ **Figure 16.** Effet du degré d'humidité sur la teneur à saturation d'un composite renforcés par des fibres de sisal [76]

Généralement, la teneur en eau à saturation  $M_{\infty}$  dépend principalement de l'humidité relative dans le milieu ( $RH\%$ ). L'équation qui relie la teneur en eau à saturation  $M_{\infty}$  et le taux d'humidité relative  $RH\%$  est présentée dans (1.18) [72] :

$$M_{\infty} = a \cdot (RH\%)^b \quad (1.18)$$

$a$  et  $b$  sont des constantes à identifier en ajustant l'équation avec les données expérimentales. La montre un exemple de l'effet du taux d'humidité sur la teneur à saturation en eau  $M_{\infty}$ . Alvarez et al.

[76] ont confirmé cette relation pour des composites renforcés par des fibres végétales (sisal). Toutefois, le coefficient de diffusion  $D$  est indépendant du taux d'humidité ( $RH\%$ ).

#### ➤ **Influence du taux de fibre**

Généralement, pour les polymères renforcés par des fibres synthétiques, l'absorption d'eau est essentiellement liée à la matrice ( $D_f \ll D_m$ ) [72][79]. En revanche, dans les composites à renfort végétal, l'absorption est gouvernée par celle des fibres à cause de leur caractère hydrophile, ce qui implique qu'une augmentation du taux de fibre dans le composite mène à une augmentation de la quantité d'eau absorbée. De plus, un taux de fibre élevé dans le composite permet d'étendre la région interfaciale fibre/matrice et par la suite favoriser par effet capillaire la diffusion de l'eau dans le composite [65][68].

Espert et al. [65] ont mis en évidence dans leur travaux sur les composites à fibres végétales (coco, sisal, cellulose)/PP, la relation entre l'absorption d'eau et le taux de fibre dans ces matériaux. Ainsi, ils ont observé une accélération de l'absorption d'eau qui se manifeste par une augmentation du coefficient de diffusion en fonction du taux de fibre. Le même constat a été souligné dans une étude plus antérieure de Pawel et al. [80] menée sur des polyesters renforcés par des fibres de cellulose. Mishra et al. [81] ont observé la même relation entre le processus d'absorption et le taux de fibre dans leurs études portant sur des composites de novolaque renforcés par différents types de fibres végétales telles que la banane, le chanvre et le sisal. D'autre part, Arbelaiz et al. [82] ont noté une augmentation du taux initial d'absorption et de la teneur en eau à saturation en fonction du chargement en fibre dans un composite PP renforcé par des fibres courtes de lin. Les résultats de Dhakal et al. [78] sont en accord avec ceux trouvés par Arbelaiz et al. [82]. En fait, dans leurs travaux sur l'absorption d'eau par les composites chanvre/polyester, ils observent la même relation entre le taux initial d'absorption et la teneur en eau à saturation avec les taux volumiques en fibre de chanvre. Enfin, Joseph et al. [68] confirment cette dépendance dans leur étude sur des composites sisal/PP.

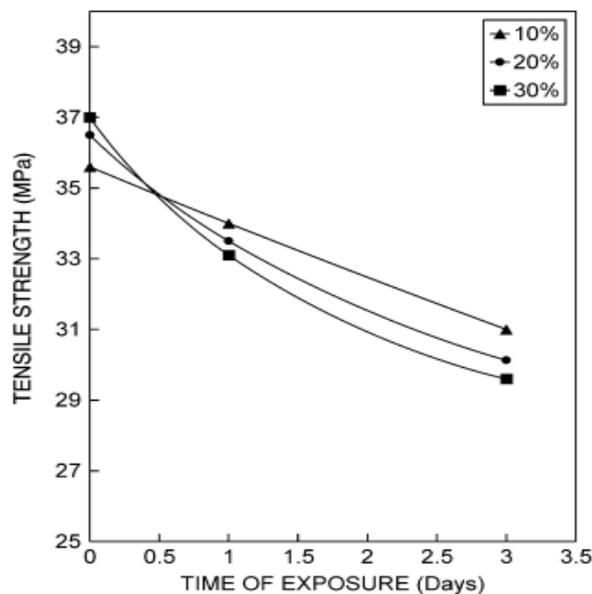
#### ➤ **Effet de l'absorption sur les propriétés mécaniques**

Dans leur travaux, Joseph et al. [68] ont analysé l'effet de l'absorption d'eau sur la résistance à la traction des composites sisal/PP à différents chargements en fibre, pour une température égale à 28°C. Ils ont constaté que la contrainte à rupture à la traction diminue en fonction du temps d'immersion. Ces auteurs ont démontré également que pour la même durée d'immersion, les composites sisal/PP dont les fibres sont traitées présentent une résistance plus élevée que celle des composites avec des fibres non traitées. Dans leur étude sur des composites lin/PP, Arbelaiz et al. [82] ont examiné l'effet du vieillissement en immersion sur les caractéristiques mécaniques à la traction (module et contrainte

à rupture). Ils ont constaté après 7 mois d'immersion à température ambiante une chute du module et de la résistance à la traction des composites lin/PP par rapport aux composites non vieillis. Cela a été validé pour les composites dont les fibres de lin sont traitées ou non avec du MAPP et ceci indépendamment du taux de fibre.

Les travaux menés par Albuquerque et al. [83] sur des composites jute/polyester sont en phase avec les résultats d'Arbelaiz et al. [82]. En fait, ils ont noté que les propriétés mécaniques à la traction des composites jute/polyester vieillis à l'eau sont inférieures à celles des composites non vieillis et notamment pour des taux de fibre élevés. En plus, les propriétés mécaniques varient selon la durée d'immersion à l'eau. Dans la même étude, il a été constaté que les propriétés mécaniques de la résine polyester pure affichent une légère augmentation après l'absorption d'eau.

La dégradation du composite peut se traduire par la dégradation individuelle de ses composants (fibre et matrice) mais également par l'affaiblissement des interactions entre eux [84]. Lorsque l'humidité présente dans l'environnement peut accéder à l'interface fibre/matrice, des contraintes de cisaillement peuvent se créer à l'interface en conséquence du gonflement des fibres cellulosiques. Cela favorise le décollement de la matrice, ce qui provoque une diminution de la résistance à la traction [68][82].



**Figure 17.** Effet de l'absorption d'eau sur la résistance à la traction des composites sisal/PP avec différents taux de fibre, à une température de 28°C [68]

Dhakal et al. [78] ont observé une dépendance entre l'absorption d'eau, les propriétés mécaniques et le taux de fibre dans les composites chanvre/polyester. Pour des taux de fibre estimés à 15% et 21%, une diminution de la contrainte à rupture de 38% et 15% a respectivement été observée. Toutefois, la contrainte à rupture augmente à partir d'un taux de fibre de 26% ; ce qui peut être expliqué

éventuellement par le gonflement des fibres provoqué par l'eau absorbée qui remplit ainsi l'espace entre les fibres et la matrice au niveau de l'interface et qui peut mener plus tard à une amélioration de la résistance du composite à la traction.

D'autre part, dans leurs travaux sur l'effet de l'absorption d'eau sur les propriétés mécaniques des composites bambou/vinylester, Chen et al. [85] ont rapporté que la résistance au cisaillement interfacial (IFSS) des composites fibre de bambou/vinylester diminue linéairement avec le temps d'immersion dans les 9 premiers jours avec toutefois une légère augmentation observée pendant les premières 24 heures. La diminution cumulée de la résistance de cisaillement interfaciale demeure stable en fonction du temps d'immersion jusqu'à 100 jours.

Les études d'Espert et al. [65] mettent en évidence la dégradation des propriétés mécaniques (module et résistance) des composites cellulose/PP après l'absorption d'eau. Ils l'expliquent par un changement de la structure et des propriétés des fibres, de la matrice et de leur interface, généré par des molécules d'eau. Par ailleurs, la pénétration de l'eau dans le composite entraîne le gonflement des fibres. Toutefois, la structure de la matrice est affectée par la reprise d'humidité se traduisant par une réorientation des chaînes et une réticulation supplémentaire. Le vieillissement en immersion totale peut mener aussi à une dégradation des fibres et de la matrice [65]. En plus, l'absorption d'eau et les effets qui lui sont associés entraînent une faible compatibilité entre les fibres et la matrice polymère, ce qui provoque un affaiblissement de l'adhésion interfaciale et par la suite le décollement. Par ailleurs, l'absorption d'eau à des températures élevées accentue la réduction de la résistance des composites à fibre végétale [65].

Hazizan et al. [86] ont analysé l'absorption d'eau sur des composites pultrudés polyester renforcés par des fibres de jute, et son impact sur les caractéristiques mécaniques. Ils ont observé une diminution de la résistance et du module de flexion en fonction du temps d'immersion. Les résultats obtenus par Alvarez et al. [76] sur des composites polymères renforcés par des fibres de sisal confortent bien ces résultats. La déformation à rupture augmente avec le temps d'immersion [86] et cette augmentation est probablement due à la pénétration des molécules d'eau dans les porosités et les microfissures du composite, qui agit en tant que élément plastifiant, rendant par la suite la structure plus flexible.

Tous les résultats et les études menées confirment bien les conséquences négatives de la sorption sur les propriétés mécaniques des matériaux composites renforcées par des fibres végétales. Néanmoins, les résultats dépendent fortement du taux de fibre, un taux assez faible peut engendrer toutefois une légère amélioration de certaines caractéristiques mécaniques.

## 6. Emission acoustique

### 6.1. Définition

L'émission acoustique (EA) est une technique de contrôle non destructif parmi les plus répandues dans la détection des endommagements. La norme AFNOR NF A09-352 la définit comme « un phénomène de libération d'énergie élastique sous forme d'ondes élastiques transitoires au sein d'un matériau au cours des processus dynamiques de déformation » [87], cette libération d'énergie résulte des modifications microstructurales qui peuvent se produire au sein de la structure (réarrangement de matière par des micro/déplacements internes au matériau). La technique de l'émission acoustique est donc basée sur la détection des ondes élastiques émis par le matériau [88]. Ces ondes sont captées par des capteurs piézo-électriques placés à la surface de la structure qui vont convertir le signal acoustique en signal électrique (Figure 18). Cette technique a l'avantage de détecter des endommagements en temps réel.

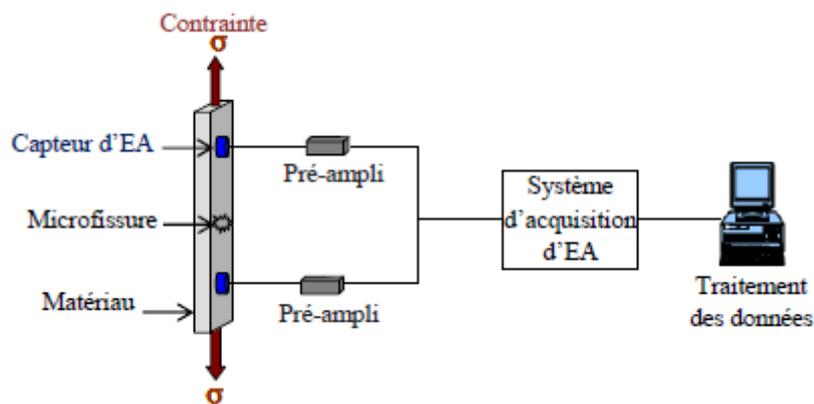
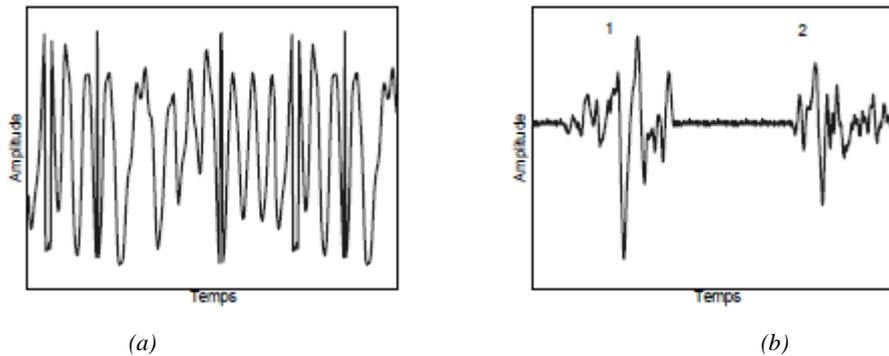


Figure 18. Dispositif expérimental de l'émission acoustique [88]

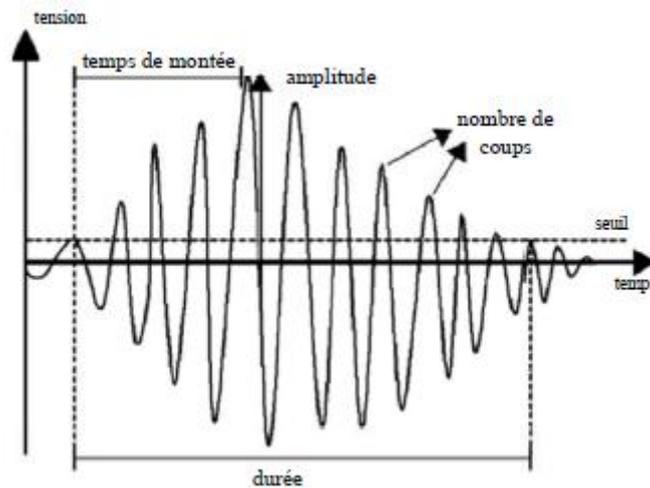
### 6.2. Les caractéristiques de l'émission acoustique

Il existe deux types d'émission acoustique [89] : émission acoustique continue et émission acoustique discrète (discontinue) (Figure 19). La première, l'émission continue, correspond à l'augmentation ponctuelle d'un bruit de fond lié à la superposition de nombreuses salves (ondes sinusoïdales). En fait, c'est la succession de plusieurs émissions discontinues dont les salves sont très rapprochées et ne peuvent pas être séparées les unes des autres car les signaux se chevauchent. Elle est principalement liée à des phénomènes de déformation plastique [90]. La deuxième, l'émission discrète, est présentée par des événements brefs, de courte durée avec une forme oscillatoire et une forte énergie. Elle se caractérise par une forme d'ondes sinusoïdales amorties, ce type d'émission résulte généralement des mécanismes très énergétiques tels que les phénomènes de propagation de fissures conduisant à la rupture. Les endommagements qui interviennent dans les matériaux

composites (délaminage, décohésion fibre/matrice, fissuration matricielle, rupture de fibres) sont présentés davantage par une émission de type discrète.



**Figure 19.** Deux types d'émission acoustique : (a) continue, (b) discrète [89]



**Figure 20.** Principaux paramètres d'une salve d'émission acoustique [91]

### 6.3. Paramètres caractéristiques des signaux d'émission acoustique

L'identification des sources d'émission acoustique, c'est-à-dire les mécanismes qui sont à l'origine, est établie à partir de l'analyse des formes d'ondes et des paramètres de salves. Ces paramètres permettent de caractériser le type du signal afin d'identifier les différents mécanismes d'endommagement. Préalablement à toute acquisition, il est nécessaire de fixer un seuil de détection en dB au-dessous duquel aucune salve ne sera détectée par le système d'acquisition. Ce seuil permet de définir le début d'une salve et son franchissement signifie le début des enregistrements des signaux d'EA. Ensuite un certain nombre de paramètres est défini à partir de ce seuil [91] (Figure 20) :

- amplitude (dB) : amplitude maximale atteinte sur la durée de la salve,
- durée ( $\mu$ s) : temps écoulé entre le premier et le dernier dépassement de seuil de la salve,
- nombre de coups : nombre de dépassement de seuil sur la durée de la salve,

- temps de montée ( $\mu\text{s}$ ) : temps écoulé entre le premier dépassement de seuil et l'amplitude maximale,
- énergie (J) : intégrale du signal au carré sur la durée de la salve,
- fréquence moyenne : nombre de coups divisé par la durée.

#### **6.4. Transducteurs utilisés pour l'émission acoustique**

Les capteurs d'émission acoustique les plus répandus sont les capteurs piézoélectriques, fabriqués à partir de céramiques ferroélectriques [92]. Lors des essais, le capteur d'EA est placé sur la surface du matériau et couplé avec l'échantillon à l'aide d'un couplant visqueux généralement sous forme de graisse silicone pour assurer la bonne transmission des ondes entre la surface de l'échantillon et le capteur. Globalement, deux familles de capteurs sont utilisées en émission acoustique :

- « large bande »: ils possèdent une bande passante régulière pour un domaine fréquentiel assez large pouvant aller jusqu'au MHz. Ces capteurs ont l'avantage de ne modifier que légèrement la forme réelle du signal mais ils ont en revanche une faible sensibilité ;
- « résonnants »: ils ont une bande passante moins large et un pic pour une certaine fréquence. Ce pic de réponse provoque une modification de l'allure des signaux ainsi que leur contenu fréquentiel. Ces capteurs sont cependant les plus répandus car ils possèdent une meilleure sensibilité et permettent de détecter des signaux de plus faible amplitude.

Le nombre de capteurs utilisés permet de localiser les sources d'émission acoustique au sein de la structure. Une localisation linéaire pour un matériau sollicité en traction uniaxiale par exemple ne nécessite l'utilisation que de deux capteurs. En revanche, une localisation en deux dimensions sur une plaque par exemple nécessite au minimum trois transducteurs. Plus la géométrie des structures étudiées est complexe, plus le nombre de capteurs nécessaires est important. La position d'une source d'émission acoustique liée à un signal reçu est déterminée en fonction des différences de temps d'arrivée de l'émission sur les transducteurs et de la vitesse de propagation des ondes dans le matériau étudié.

#### **6.5. Identification de la signature acoustique des différents modes d'endommagement**

De nombreux phénomènes peuvent donner naissance à une émission acoustique. Il est donc primordial de valider les causes de cette activité et de faire le tri des signaux pour attribuer chaque signal à un des mécanismes afin de suivre l'évolution des processus d'endommagement. Plusieurs méthodes sont couramment utilisées pour discriminer ces mécanismes. Les méthodes basées sur l'exploitation de descripteurs sont souvent limitées à l'analyse des paramètres temporels. De ce fait,

des études [93][94] ont été d'abord menées dans le domaine fréquentiel afin de pouvoir identifier les sources d'endommagement aux signaux d'EA. Ces études ont montré que chaque mécanisme d'endommagement peut être caractérisé par un pic fréquentiel différent, obtenu par une analyse de transformée de Fourier (FFT) [95][96]. L'analyse des paramètres temporels n'est pas toujours pertinente pour caractériser les ondes acoustiques, notamment pour les matériaux composites. De ce fait, des études [97][98][99] ont été menées pour distinguer les mécanismes sources des signaux d'émission acoustique recueillis lors d'essais sur les composites chargés, par l'emploi d'un ou plusieurs paramètres calculés sur les formes d'ondes. Deux méthodes sont couramment employées : l'analyse monoparamétrique et l'analyse multiparamétrique.

### **6.5.1. Analyse monoparamétrique**

Le tri des signaux peut se reposer sur l'analyse d'un seul paramètre pour identifier les processus de d'endommagement. Ainsi, De Groot et al. [100] se sont basés sur un calcul de fréquence moyenne pendant des essais de traction monotone effectués sur des composites carbone/époxy. Ils ont mis en évidence les domaines fréquents des principaux modes d'endommagement. Ainsi, la fissuration matricielle est distinguée par des fréquences entre 90 et 180 kHz, 240 à 310 kHz pour les décohésions et supérieurs à 300 kHz pour les ruptures de fibres.

La majorité des autres travaux se base cependant sur l'amplitude des signaux, il s'est avéré que c'est un paramètre discriminant pour les différents types d'endommagement au sein de composites. Parmi ces travaux, on peut citer notamment M.L Benzeggagh et al. [101] qui ont étudié les mécanismes d'endommagements des matériaux composites renforcés par des fibres de verre et à matrice polypropylène. Ces matériaux sont soumis à des efforts de traction en statique et en fatigue. L'analyse des amplitudes des signaux d'émission acoustique met en évidence l'apparition et la succession de quatre modes d'endommagements qui sont : la fissuration matricielle avec des signaux d'EA d'amplitude compris entre 40 et 55 dB, la décohésion avec des signaux d'EA d'amplitude variant de 60 à 65 dB, le déchaussement dont l'amplitude des signaux est comprise entre 65 à 85 dB et enfin la rupture des fibres avec des signaux d'amplitude au-delà de 85 dB.

Chen et al. [102] ont étudié également l'évolution des amplitudes d'EA des stratifiés renforcés par des fibres courtes de carbone et sollicités en flexion et en traction. Les résultats obtenus montrent l'apparition de deux modes de mécanismes d'endommagement, le premier est la fissuration matricielle dont l'amplitude varie entre 60 et 80 dB, et le deuxième rassemble la rupture des fibres et les déchaussements avec des amplitudes comprises entre 70 et 90 dB. De même, Kim et al. [103] ont effectué des essais de mise en charge successive sur des stratifiés à plis croisés [0/90] composés d'une

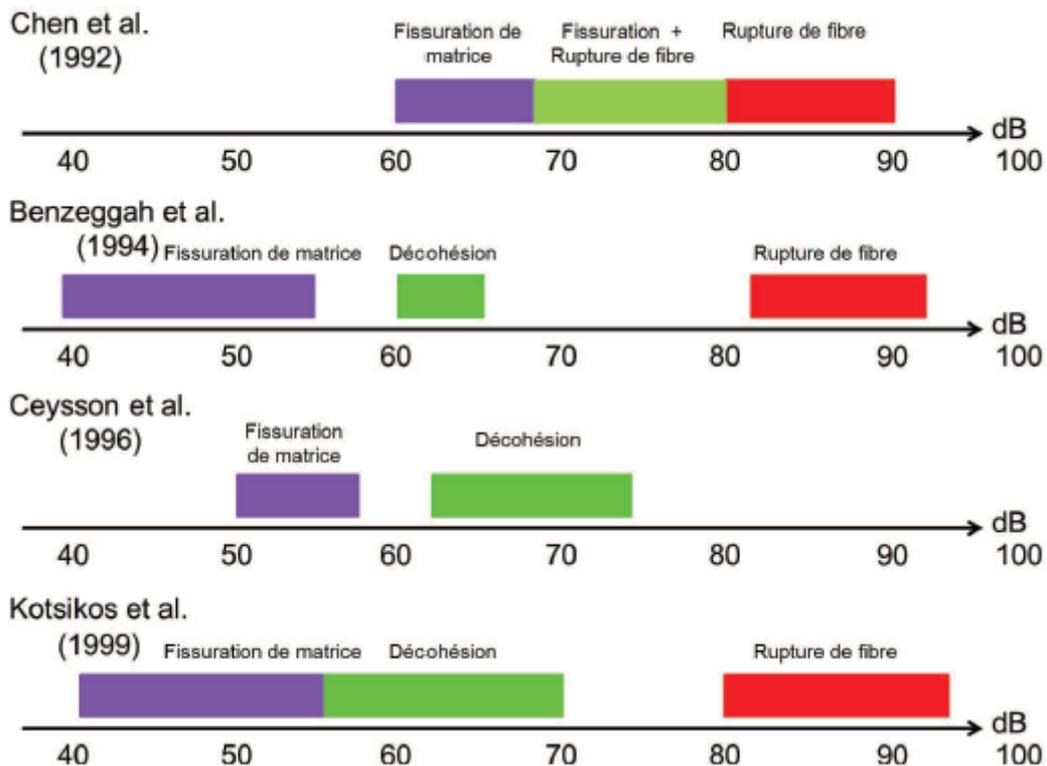
matrice polymère renforcée par des fibres de carbone. Cette étude montre que la fissuration de la matrice est identifiée par des signaux de faible amplitude comprise entre 40 et 70 dB et la rupture des fibres est identifiée par des amplitudes élevées comprises entre 60 et 100 dB. Dans le même sens, G. Kotsikos et al. [104] ont effectué des études sur des composites stratifiés à plis croisés [0/90] composés par de fibres de verre et une matrice polyester soumis à des essais de fatigue. Ainsi, plusieurs modes d'endommagement sont apparus : des fissurations matricielles qui sont identifiées par des signaux d'amplitude comprise entre 40 et 55 dB, des délaminages de 55 à 70 dB et des ruptures de fibres identifiées par des signaux d'amplitude au-delà de 80 dB.

Ceysson et al. [105] ont testé des stratifiés fibres de carbone/matrice époxy en flexion. Une valeur moyenne de 50 dB a été remarquée dans la distribution d'amplitude des signaux propres à la fissuration de matrice, de même qu'une valeur de 60 dB pour le délaminage. Toutefois, les spectres d'amplitude présentaient un assez fort chevauchement entre eux.

Karger-Kocisis et al. [106] ont testé des composites à matrice polypropylène renforcés par des fibres de verre longues et courtes. Le suivi de l'évolution de l'amplitude au cours des essais par thermographie infrarouge a permis de séparer des modes d'endommagement en fonction de l'amplitude : fissuration de matrice/décohésions/déchaussement intra-laminaire ou délaminage (pull-out)/rupture des fibres. Ce classement a été établi suivant un ordre croissant de l'amplitude.

Kastsikos et al. [107] ont étudié des composites stratifiés à fibres de verre et à matrice polyester sollicités sous fatigue. Ils ont mis en évidence que les signaux de la fissuration de matrice sont caractérisés par des amplitudes comprise entre 40 dB et 55 dB, ceux du délaminage entre 55 dB et 70 dB et les ruptures de fibres sont associés aux signaux de plus de 80 dB.

La Figure 21 résume les différents résultats obtenus dans la littérature des travaux menés sur divers types de composites et dans des conditions expérimentales très variables. Cependant, l'utilisation d'un seul paramètre pour identifier des mécanismes d'endommagement peut s'avérer insuffisante, d'autant plus que certaines gammes d'amplitude sont assez similaires. Un recouvrement entre les différentes classes, séparant les salves acoustiques suivant leur amplitude, rend incertain l'attribution des signaux à un endommagement ayant réellement eu lieu, d'où le recours à classer les signaux en fonction non pas d'un paramètre mais de plusieurs afin d'améliorer la segmentation des données.



**Figure 21.** Quelques gammes d'amplitude typiques des mécanismes d'endommagement trouvées dans la littérature [108]

D'autre part, des études ont été menées dans le domaine fréquentiel afin d'attribuer les signaux d'EA à leurs mécanismes source. La Figure 22 résume les gammes fréquentielles mises en évidence dans la littérature pour des études qui ont porté sur l'analyse du contenu fréquentiel des signaux d'EA de différents types de composites sous chargement.

Giordano et al. [109] ont appliqué une analyse de Fourier sur des signaux d'EA acquis durant des tests de traction sur des composites unidirectionnels à matrice polyester renforcés avec une seule fibre de carbone. Cette étude a permis d'isoler le pic fréquentiel des ruptures de fibres aux alentours de 400 kHz. Ramirez et al. [110] ont étudié des composites stratifiés fibre de verre-matrice polypropylène soumis à des tests de traction. Ils ont montré que les ruptures de fibre sont situées dans la zone haute-fréquence tandis que la décohésion fibre-matrice et le délaminage sont situés à des fréquences intermédiaires. Enfin, la fissuration de matrice a été identifiée à des faibles fréquences. La non-stationnarité des signaux d'EA a poussé certains chercheurs à analyser le comportement de ces signaux dans le domaine temps-fréquence. Komai et al. [111] ont appliqué la transformée en ondelettes discrète (TOD) à des signaux d'EA obtenus lors de tests de traction quasi-statique sur des composites à matrice polyester renforcée par des fibres de verre. Ils ont pu identifier, à partir de l'énergie de chaque niveau de décomposition, les bandes fréquentielles représentatives, dans

l'intervalle 200 kHz à 400 kHz, des diverses sources d'endommagement intervenant dans les composites étudiés. De Groot et al. [112] ont étudié le comportement des composites fibres de carbone-matrice époxy sollicitée sous traction. Ils ont essayé de favoriser des modes d'endommagement particuliers dans chaque essai. Ainsi, ils ont réussi à identifier les bandes fréquentielles propres à chaque mécanisme d'endommagement : les fissurations de matrice de 90 kHz à 180 kHz, les décohésions fibre/matrice de 240 kHz à 310 kHz et les ruptures de fibres à des fréquences supérieures à 300 kHz.

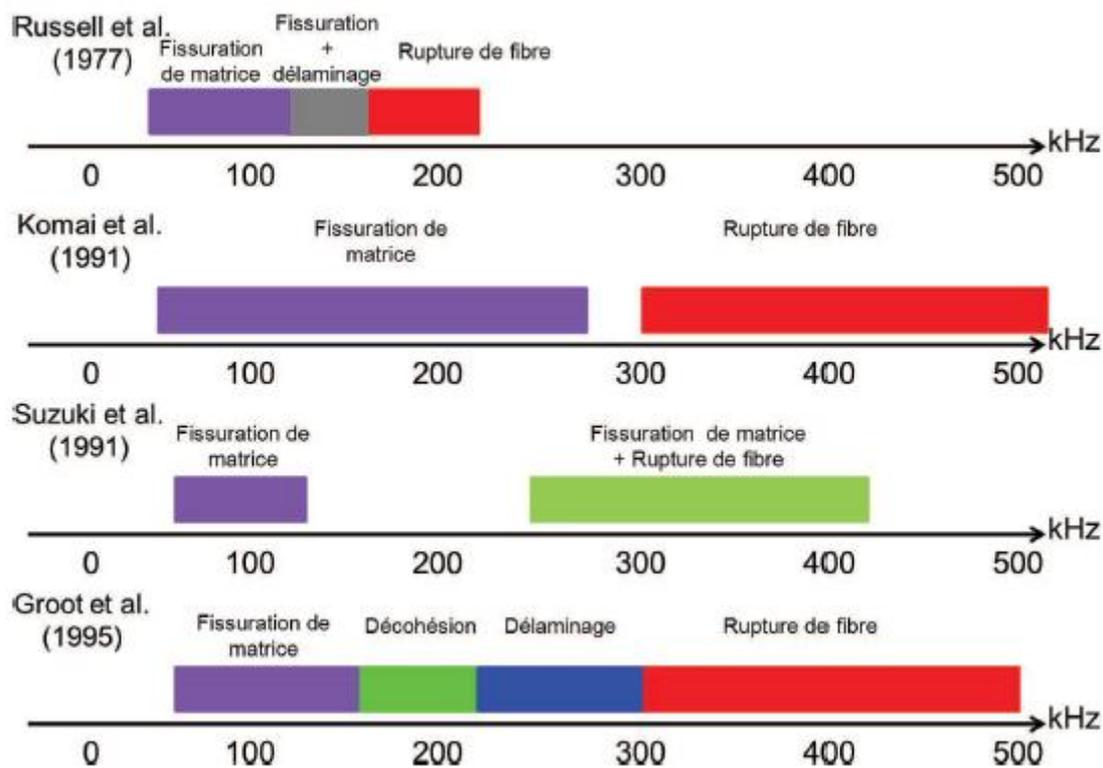


Figure 22. Principales études du contenu fréquentiel des signaux d'EA trouvées dans la littérature [108]

### 6.5.2. Analyse multiparamétrique

Les méthodes paramétriques conventionnelles se sont avérées limitées en termes d'identification et de suivi de l'évolution des mécanismes sources suite aux présences des zones de recouvrement. Dans le but de dissiper les incertitudes vis-à-vis des sources des signaux d'EA, des techniques d'analyse statique multiparamétrique, basées sur des méthodes de reconnaissance de formes, ont été utilisées. Les descripteurs qui servent généralement à la classification sont ceux issus de l'étude temporelle tels que l'énergie, l'amplitude maximale du signal, la durée, temps de montée ou bien le nombre de coups. Nous présentons dans ce qui suit le fruit de travail de quelques chercheurs qui ont travaillé sur ce domaine.

Ueno [113] a analysé les signaux issus des essais de flexion sur des composites stratifiés fibre de verre-matrice époxy en fonction de leur amplitude et de leur temps de montée et il a réussi à valider la présence de la fissuration matricielle, de la décohésion et des ruptures de fibres. N. Ativitavas et al. [114] ont étudié l'endommagement des matériaux stratifiés composés d'une matrice plastique renforcée par des fibres de verre unidirectionnelles soumis à des essais de traction. L'analyse de l'amplitude couplée à l'énergie des signaux acoustiques et à des observations micrographiques à différents stades de l'essai a montré l'apparition de quatre modes d'endommagements. Les microfissurations matricielles apparaissent en premier durant l'essai, suivies par des ruptures de fibres qui engendrent des décohésions. A la fin d'essai, des délaminages sont détectés. Les signaux d'émission acoustique de la rupture des fibres ont une amplitude supérieure à 74 dB et une énergie élevée. Les signaux des autres mécanismes d'endommagement ont pour amplitude des valeurs inférieures à 74 dB, sans pouvoir les dissocier à cause de recouvrement dans les distributions.

H.Y. Chou et al. [115] ont étudié la réponse acoustique des composites croisés carbone/époxy du type [0/90], [0<sub>2</sub>/90<sub>4</sub>/0<sub>2</sub>] et [90<sub>2</sub>/0<sub>4</sub>/90<sub>2</sub>] lors d'essais de traction. La corrélation de plusieurs paramètres d'émission acoustique a permis de partitionner les signaux acoustiques en plusieurs groupes et d'associer chaque groupe à un mécanisme d'endommagement. Au début de l'essai, il y a eu apparition des microfissures qui ont été reliées aux signaux de faibles amplitudes, inférieures à 60 dB. Par la suite, l'accumulation des microfissures a causé des fissures qui sont caractérisées par des signaux acoustiques d'amplitude entre 60 et 74 dB. Enfin, la coalescence des fissures induit la formation des macrofissures. Ces dernières sont caractérisées par des signaux de longues durées (>100 μs), des fortes amplitudes (>75dB), de fortes énergies et des barycentres fréquentiels faibles (<400kHz).

El Guerjouma et al. [116] ont travaillé sur des échantillons de polyester et de verre/polyester unidirectionnels, sollicités en traction, pour identifier les modes d'endommagement engendrés. Trois types d'échantillons ont été utilisés : résine pure et stratifiés unidirectionnels orientés à 45° et à 90°. Ces échantillons ont été choisis pour générer des modes d'endommagement particuliers. Les échantillons de résine ont produit des signaux de fissuration de la matrice. Les échantillons unidirectionnels à 45° et à 90° ont généré, en plus des signaux de fissuration de la matrice, des décohésions de 90° et des décohésions de 45°. Par la suite, afin de séparer numériquement les deux types de signaux, ils ont mis en place une approche de réseau de neurones. Ils ont utilisé six paramètres des salves acoustiques pour les regrouper. La réponse du réseau a été bien claire ; deux groupes principaux ont été observés qui correspondent aux deux types de signaux observés auparavant.

Pour pouvoir distinguer les signaux d'EA provenant des différents modes d'endommagement issus de composites complexes, Marec et al. [117][118] ont utilisé un outil d'analyse statistique multivariable composé d'un algorithme de classification de données multidimensionnelles (méthode de coalescence floue) associée à une analyse en composantes principales (ACP) pour différents composites à structure complexes (stratifiés à plis croisés, Sheet Molding Compound (SMC) et bétons polymères). La démarche suivie consiste à analyser les signaux d'EA enregistrés lors des essais de traction en quasi statique sur des composites modèles (résine, composites unidirectionnels), puis lors des essais de flexion trois-points en statique et en fluage sur les structures complexes citées précédemment. Les principaux mécanismes d'endommagement observés sont la fissuration de la matrice, la décohésion fibre/matrice (ou granulat/résine dans le cas du béton polymère), la rupture des fibres (ou des granulats dans le cas du béton polymère) et le délaminage pour les composites stratifiés.

Huguet et al. [119] ont utilisé le réseau de neurones de Kohonen [120] associé à un algorithme des k-moyennes [121] pour classifier les données d'EA enregistrées lors des essais de traction sur des matériaux composites unidirectionnels renforcés par des fibres de verre. Des essais ont d'abord été réalisés sur des matériaux composés seulement de la matrice dans le but d'identifier les signaux caractéristiques des microfissurations matricielles. D'autres ont été menés sur des éprouvettes unidirectionnelles dont les fibres sont orientées à  $90^\circ$  et à  $45^\circ$  par rapport à l'axe de sollicitation pour favoriser les décohésions fibre/matrice et identifier les signaux d'EA qui leur correspondent. En plus, des essais ont été menés sur des composites monofilamentaires pour identifier les signaux correspondant aux ruptures des fibres. Enfin, des essais sur des composites stratifiés à plis croisés ont été menés afin de générer des signaux correspondant aux délaminages entre les plis. Une analyse paramétrique des signaux d'EA a été établie en considérant l'amplitude, le temps de montée, la durée et l'énergie des signaux d'EA. Cette étude a permis d'identifier quatre types de signaux appelés signaux de type A, B, C et D :

- signaux de type A qui indiquent une fissuration matricielle : ils ont une amplitude entre 50 et 70 dB et sont caractérisés par des formes d'onde de faible durée, un temps de montée assez lent et une énergie relativement faible ;
- signaux de type B qui indiquent une décohésion fibre/matrice : ils ont une amplitude entre 70 et 100 dB et sont caractérisés par des temps de montée assez courts et des énergies plus élevées ;

- signaux de type C qui indiquent une rupture des fibres : ils sont caractérisés par des temps de montée et de décroissance relativement courts et ayant des amplitudes et énergies assez importantes. Ces signaux sont assez semblables à des signaux de type B ;
- signaux de type D qui indiquent un délaminage : ils ont des temps de montée lents, ils sont assez énergétiques avec une gamme d'amplitude assez large.

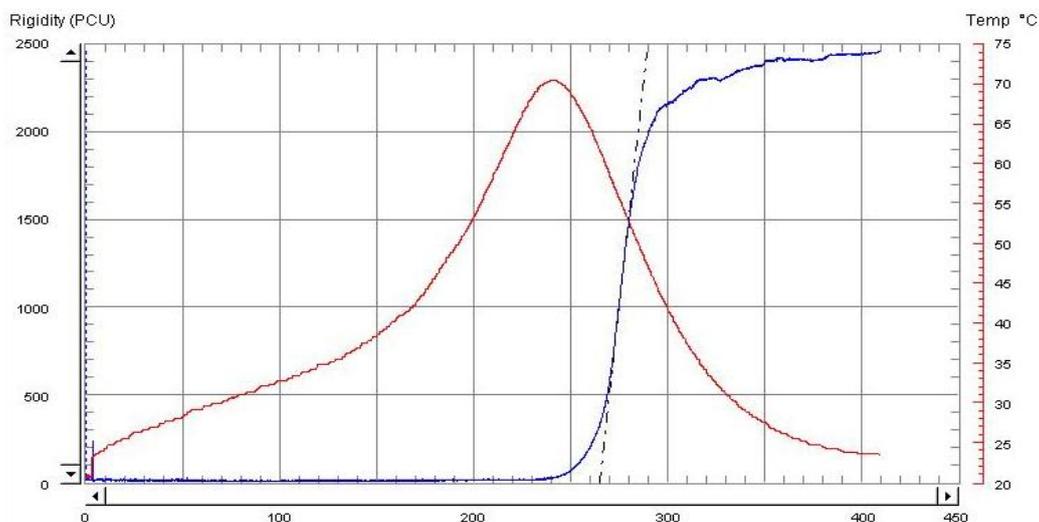
## **Chapitre 2. Matériaux et techniques expérimentales**

## 1. Matériaux et procédé de fabrication

Les matériaux étudiés dans ce manuscrit sont des stratifiés composés de 8 plis tissés, tantôt de lins et tantôt en alternant plis de lin et de carbone, on exposera ci-dessous les propriétés et la composition de chaque constituant.

### 1.1. La matrice

La matrice utilisée pour l'élaboration de plaques stratifiées est un mélange de résine époxy et de durcisseur. Cette matrice est caractérisée par une faible toxicité et agressivité ainsi qu'un bon rapport performances/coût. La résine est développée par la société Hunstman et commercialisée sous le nom d'Araldite LY 1564 ; sa viscosité à la température  $25^{\circ}\text{C}$  est entre 10 à 20  $\text{mPa}\cdot\text{s}$  et sa densité est entre 1,1 à 1,2  $\text{g}/\text{cm}^3$ . Le durcisseur est développé par la même société sous le nom de Aradur 3487 ; sa viscosité à la température  $25^{\circ}\text{C}$  est entre 30 à 70  $\text{mPa}\cdot\text{s}$  et sa densité est de 0,98 à 1  $\text{g}/\text{cm}^3$ . Le mélange optimal proposé par le fabricant est de 100 parties pondérales de résine pour 34 parties pondérales de durcisseur. Sur cette base du rapport des masses entre les deux constituants, la masse volumique du mélange est estimée aux alentours de 1,14  $\text{g}/\text{cm}^3$ . Le mélange de ces deux composantes s'effectue à température ambiante et pression atmosphérique et nécessite une agitation uniforme et continue durant quelques minutes afin d'homogénéiser l'ensemble. Des essais préalables réalisés à l'aide d'une machine Trombotech ont permis de tracer l'évolution de la rigidité et de la température de la matrice durant sa polymérisation à l'air ambiant et d'en déterminer par la suite graphiquement l'ordre de grandeur du temps du gel qui est estimé à 265 min (Figure 23). La température de transition vitreuse pour ce mélange a été estimée à  $53^{\circ}\text{C}$ .



**Figure 23.** Évolution simultanée de la rigidité et de la température de la matrice durant la polymérisation

## 1.2. Les tissus de renfort

Deux types de renforts interviennent lors de la fabrication des plaques stratifiées, des plis en tissu toile 1/1 de lin et des plis en tissu sergé 2/2 de carbone (Figure 24). Ils se présentent tous les deux sous la forme de rouleaux de tissus secs, équilibrés physiquement. Les renforts sont utilisés comme reçus c'est à dire sans traitement particulier dans leur mise en œuvre. Le tissu de carbone présente un grammage de  $189 \text{ g/m}^2$  et il est composé de mèches de filaments de carbone dont l'entrecroisement est de type sergé 2/2, il s'agit d'un tissu équilibré physiquement et mécaniquement.



**Figure 24.** (a) Tissu de lin, (b) Tissu de carbone

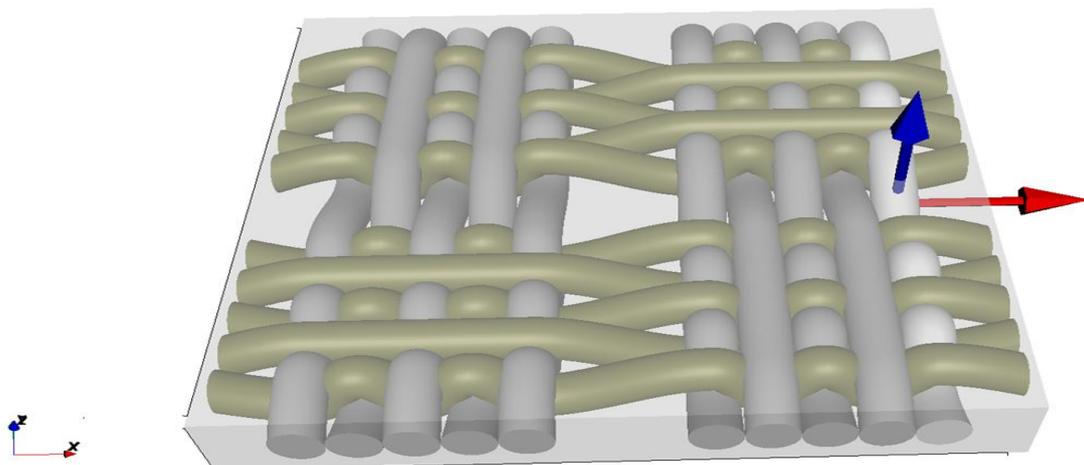


**Figure 25.** Observation détaillée de l'architecture du tissu

Le tissu de toile de lin est fournie par la société Flax technic, il a un grammage de  $235 \text{ g/m}^2$  et il est composé des fils disposés suivant deux directions perpendiculaires désignés sous le nom de chaîne et de trame et liés par un entrelacement particulier qui est modélisé dans la Figure 26 afin de former un

pli tissé. Contrairement au tissu de carbone, le tissu de lin est équilibré uniquement au niveau physique. En fait, il est composé de deux types de fils ayant une couleur différente ; fil plutôt écru désigné en marron et fil blanc qui a dû subir un traitement chimique (à priori blanchiment). La provenance industrielle des fils rend difficile de retracer les traitements subis. Une caractérisation de l'architecture du tissu a été effectuée via des observations réalisées par une caméra optique (Figure 25). Ainsi, après analyse, le diamètre des fils est estimé à 0,374 mm avec un écart type de 30% et l'espace entre deux rangées de fils disposées dans le sens chaîne, ainsi que dans le sens trame est estimé à 0,82 mm avec un écart type de 15%. Egalement, des mesures de l'épaisseur de tissu ont permis de retenir la valeur de 0,802 mm avec un écart type de 16%.

Ces données récoltées ont servi à construire un modèle numérique à l'aide du logiciel TexGen (Figure 26) et à déterminer par la suite le taux de remplissage du tissu qui vaut 65%. Des analyses microscopiques des fils ont révélé que ces derniers sont constitués de plusieurs fibres comme l'indique la Figure 28 .

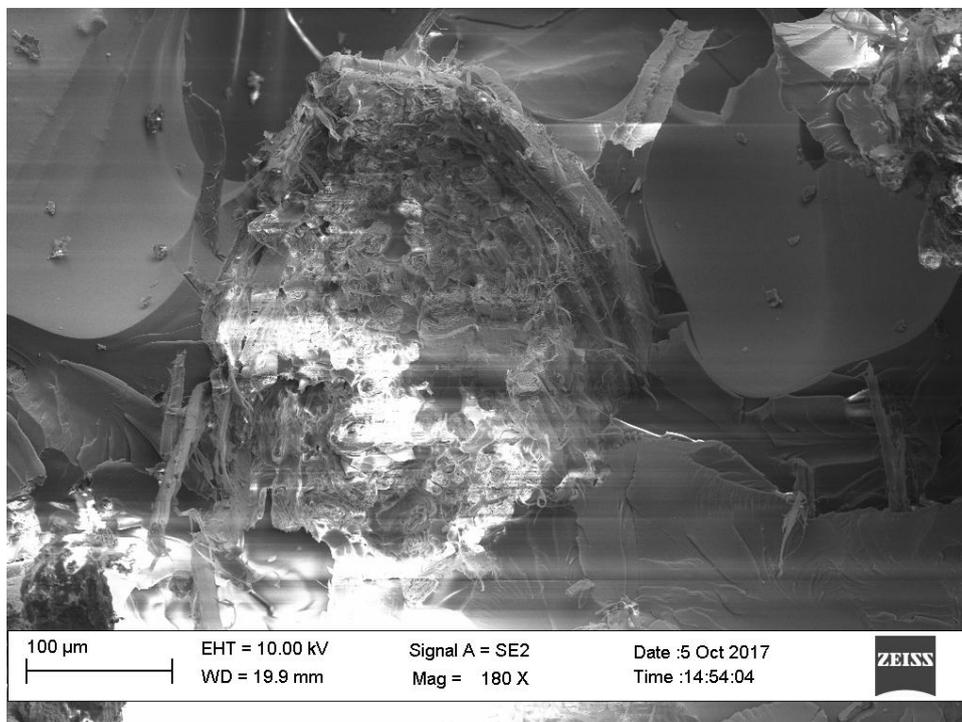


*Figure 26.* Modèle numérique du tissu de lin

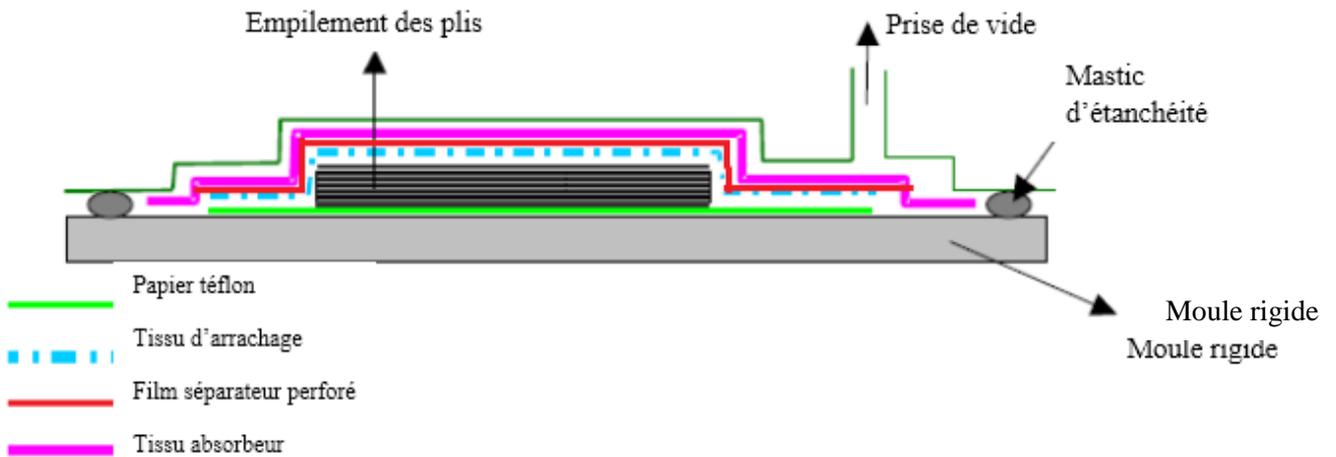
### 1.3. Procédés d'élaboration

La mise en œuvre des matériaux composites est réalisée par la voie du moulage sous vide. Cette méthode consiste à déposer successivement sur une face plane du moule les plis du stratifié ayant des dimensions moyennes de 300×300 mm, en respectant une séquence d'empilement spécifique et puis

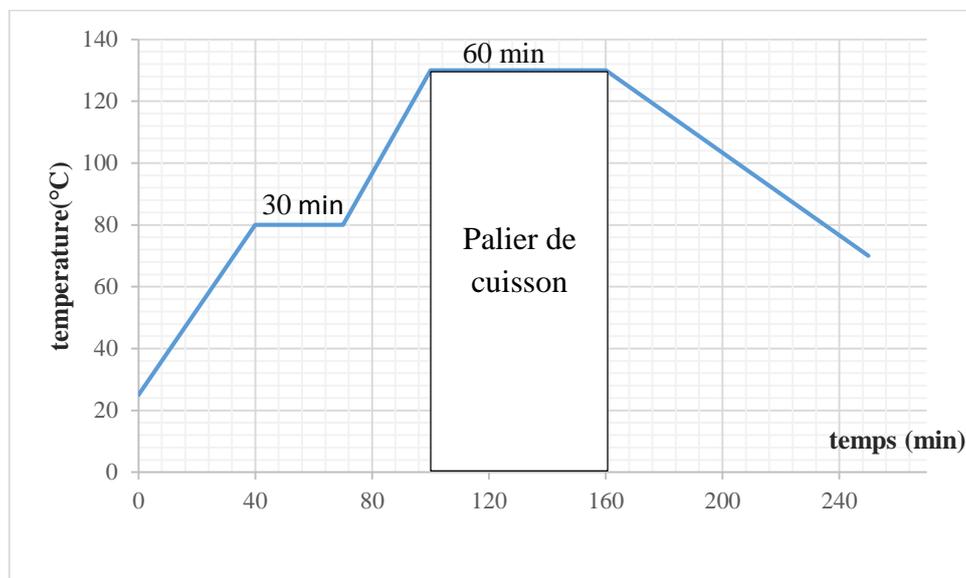
à les imprégner manuellement à l'aide d'un rouleau ou pinceau avec la matrice. Il s'agit d'un procédé de petites séries. Une fois que l'imprégnation est réalisée, divers tissus d'aide au moulage doivent être interposés entre le sac à vide et la plaque (Figure 28). Une première nappe de textile appelée tissu d'arrachage est déposée, elle sert à démouler la pièce une fois la polymérisation effectuée ainsi qu'obtenir une surface finie plus ou moins rugueuse. Puis une deuxième nappe de film séparateur perforé est déposée, elle a pour rôle d'évacuer l'excès de matrice lors de la mise sous vide et de réguler via ses macro-pores le flux de matrice liquide et ainsi ajuster le taux de fibres. Finalement, un pli absorbeur est déposé afin de permettre l'absorption de l'excès de matrice qui a traversé le film séparateur perforé. Une compression, réalisée au moyen d'un sac à vide, est appliquée à l'ensemble afin d'améliorer le taux de compaction et d'éliminer l'excédent de résine. Ce procédé a pour avantage d'être simple à mettre en œuvre et peu onéreux. En revanche, l'imprégnation manuelle de la matrice présente quelques inconvénients vus que l'opérateur doit surveiller la bonne orientation ou l'alignement des différents plis de fibres. Également, cette imprégnation à l'air libre peut favoriser la création des porosités provoquées par l'emprisonnement de bulles d'air dans la résine visqueuse. La mise sous vide dure 24 h à température ambiante et pression égale à 0,8 bar. Toutefois, une post-cuisson dans le four est nécessaire après démoulage afin d'assurer une polymérisation complète. C'est un cycle prédéfini et recommandé par le fabricant de la résine, il comporte deux paliers (Figure 29).



**Figure 27.** Observation microscopique d'un fil dans une matrice



*Figure 28.* Procédé du moulage sous vide



*Figure 29.* Cycle de post-cuisson

## 2. Mesure des fractions des différents constituants

Une fois les plaques élaborées, des mesures de différentes fractions volumiques des constituants ont été effectuées dans le but d'en déterminer par la suite le taux de porosité qui est reconnu pour diminuer de manière importante les caractéristiques mécaniques des matériaux. En connaissant la masse de la plaque, le nombre de pli, le grammage du renfort ainsi que sa masse volumique et celle de la matrice, on en déduit par calcul le taux volumique de fibre, de matrice et par conséquent celui de porosité.

Pour notre étude, les plaques élaborées ont été pesées à sec à l'aide d'une balance. Par la suite, leur volume et leur surface ont été déterminés en effectuant des mesures sur la largeur, longueur et hauteur sur des dizaines de points équidistants et répartis sur la plaque et en faisant la moyenne par la suite. Le grammage et la masse volumique des différents composants fournis par le fabricant ont été

vérifiés. On note  $m$  la masse,  $V$  la fraction volumique,  $\rho$  la masse volumique,  $Gr$  le grammage,  $n$  le nombre de pli et  $f, M$  et  $p$  les indices associés aux fibres, matrice et porosité. Le calcul de différentes fractions volumiques a été établi à l'aide des équations suivantes :

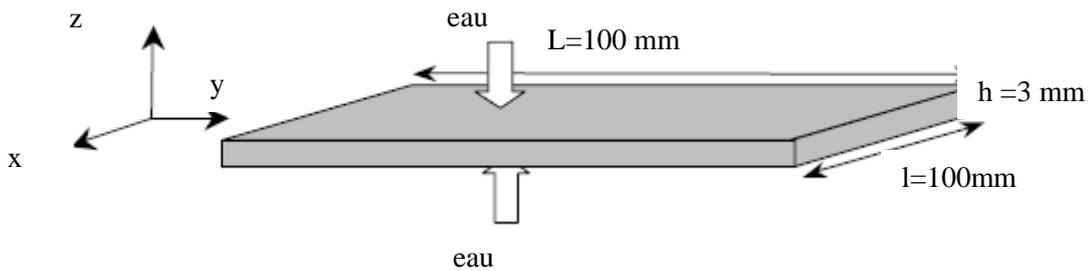
$$V_f = \frac{Volume_{fibre}}{Volume_{composite}} = \frac{\frac{m_f}{\rho_f}}{L.l.h} = \frac{\frac{n.Gr.L.l}{\rho_f}}{L.l.h} = \frac{n.Gr}{\rho_f.h} \quad (2.1)$$

$$V_M = \frac{Volume_{Matrice}}{Volume_{composite}} = \frac{\frac{m_M}{\rho_M}}{L.l.h} = \frac{\frac{m_c - m_f}{\rho_M}}{L.l.h} = \frac{m_c - m_f}{\rho_M.L.l.h} \quad (2.2)$$

$$V_p = 1 - (V_f + V_M) \quad (2.3)$$

### 3. Essai de sorption

La diffusion de l'eau dans les composites à fibres naturelles et matrice époxy est un phénomène largement répandu. Des essais de sorption ont été réalisés pour mesurer la reprise d'eau dans nos matériaux. Cette technique a pour but de mesurer la quantité d'eau absorbée par l'échantillon au cours du temps jusqu'à un éventuel niveau de saturation, et d'en déduire par la suite sa cinétique d'absorption en la comparant à des modèles préétablis par la littérature et ainsi déterminer les paramètres caractéristiques de cette reprise d'eau tels que le coefficient de diffusion, la vitesse de pénétration d'eau et la teneur en eau à saturation.



**Figure 30.** Représentation schématique des plaques utilisées pour étudier la diffusion de l'humidité dans les composites

Expérimentalement, la mise en œuvre d'un tel essai est assez simple, elle consiste à immerger des plaques dans un bac d'eau et à effectuer des mesures gravimétriques régulièrement pour déterminer la teneur en eau absorbée en fonction du temps. Selon la norme ASTM D5229, les plaques immergées doivent avoir une forme carrée avec un rapport largeur sur épaisseur assez important. Cette condition géométrique a pour but de limiter les effets de bords. Dans ce sens aussi, les quatre bords doivent être couverts par une couche de silicone afin de ne considérer que la diffusion unidirectionnelle suivant

l'épaisseur et d'éliminer celle opérant dans les deux autres directions. Compte tenu des dimensions des plaques élaborées, notre choix s'est porté sur une forme de 100 mm de côté (Figure 30).

Une fois que les bords des plaques ont été couverts avec une couche de silicone haute température et avant de les immerger dans l'eau, il faut bien s'assurer que toute trace d'humidité est éliminée du matériau. Pour cela, les échantillons ont été mis dans une enceinte thermique pendant 24 heures à une température de 103°C. Une fois sortie, la plaque est pesée et sa masse dans cet état est notée  $m_0$ . Par la suite, les échantillons sont immergés dans l'eau distillée à une température constante à 25°C. Un prélèvement régulier de la masse est effectué avec une cadence qui diminue au fur et à mesure de l'essai. Le taux d'absorption de l'eau pour la silicone est négligeable (<1%) ce qui nous amène à ne considérer que la diffusion de l'eau dans le composite. Les pesées sont réalisées sur une balance électronique PRECIA MOLEN BJ6100D. La teneur en eau  $M_t$  est calculée d'après la formule suivante :

$$M_t = \frac{m_t - m_0}{m_0} \cdot 100(\%) \quad (2.4)$$

Avec  $m_t$ : masse à l'instant t, corrigée par la masse de la silicone.



(a)



(b)

**Figure 31.** (a) plaque dont les bords couverts de silicone, (b) plaques immergées dans un bac d'eau

## 4. Essai de traction

### 4.1. Préparation des échantillons

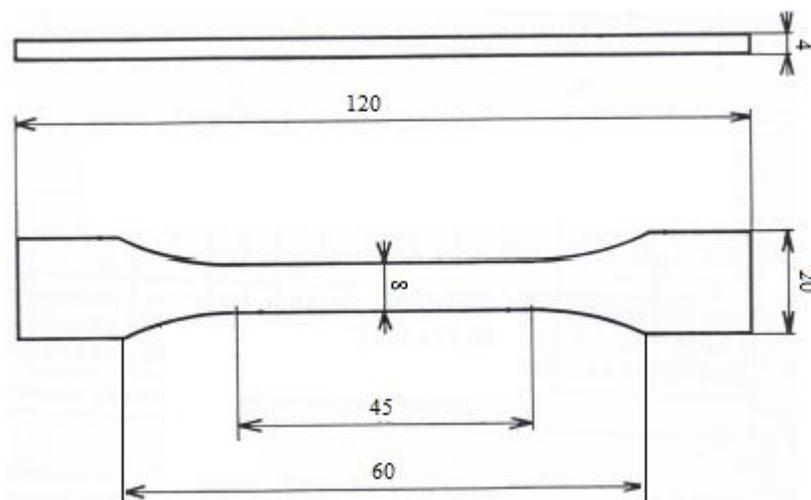
#### ➤ Matrice

Des éprouvettes en matrice époxy ont été fabriquées afin d'en déduire les propriétés mécaniques élémentaires de la matrice. La matrice obtenue par mélange de la résine et du durcisseur a été coulée

directement dans un moule (Figure 32) et laissée polymériser à l'air ambiant pendant 24 heures, cette phase est suivie d'une cuisson dans le four suivant le cycle décrit en 1.3. La géométrie des éprouvettes obtenues est détaillée par la Figure 33.



*Figure 32.* Moule pour fabrication des éprouvettes en matrice



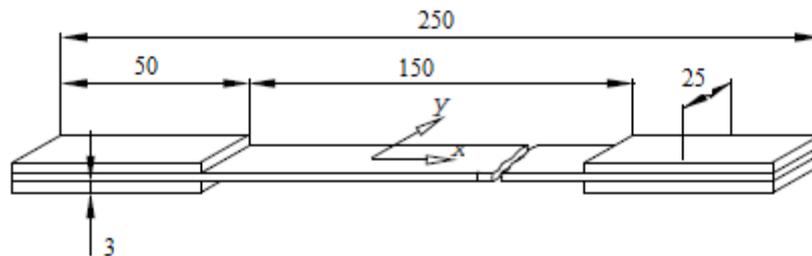
*Figure 33.* Géométrie des éprouvettes en matrice

### ➤ **Fil élémentaire**

Un essai de traction a été réalisé sur des fils de lin de longueur totale 70 mm dont 50 de longueur utile et de diamètre 0,374 mm avec un écart type de 30% ; ce dernier a été mesuré sur 50 échantillons de fils blancs et marrons confondus à l'aide d'un projecteur de profil et d'un logiciel de métrologie. Les fils de lin sont extraits manuellement du tissu de lin utilisé par la suite pour la fabrication des éprouvettes en stratifiés, cette dernière comporte des fils marrons disposés dans le sens chaîne et des fils blancs suivant le sens trame. Chaque essai est répété 20 fois, on désigne par courbe «reproductible», la courbe la plus proche de la courbe moyenne dans une série des essais.

### ➤ Composites

Afin de déterminer les principales grandeurs caractéristiques du comportement des composites étudiés, des essais de traction uniaxiale et de flambement ont été réalisés sur des éprouvettes découpées dans les plaques élaborées selon diverses orientations. Les éprouvettes sont débitées selon la norme ISO 527-4. Des bandes rectangulaires de 250 mm de longueur et 25 mm de largeur, ont été obtenues au moyen d'une machine de découpe par laser TROTEC pour les plaques stratifiées 100% lin et avec une scie à lame diamantée pour les plaques hybrides. Quatre talons biseautés en aluminium, de longueur 50 mm, de largeur 25 mm et d'épaisseur de 3 mm sont collés sur les éprouvettes avec une colle bi-composants (Figure 34) afin d'obtenir des ruptures éloignées des mors de serrage. Finalement, des rosettes de deux jauges d'extensométrie perpendiculaires sont collées au milieu des éprouvettes pour mesurer les déformations longitudinales et transversales.



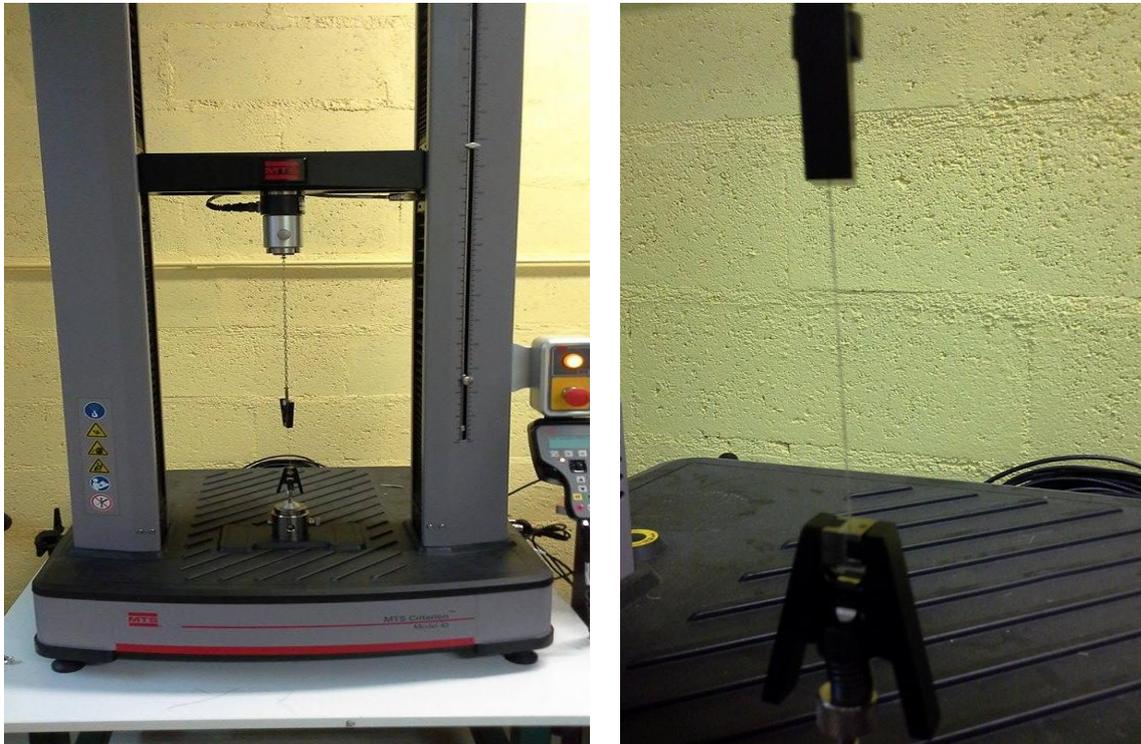
*Figure 34.* Géométrie et paramétrage des éprouvettes de traction (unité en mm)

#### 4.2. Banc d'essai

Les essais de traction sur les éprouvettes en matrice et les fils de lin ont été réalisés sur une machine électrique MTS Criterion<sup>TM</sup>, modèle 43 de la société MTS, équipée d'une cellule de force et de mors spécifiques pour chaque essai (Figure 35). L'asservissement de cette machine est piloté par le logiciel MTS TestSuite TW développé par la même société. Au cours de l'essai, la force appliquée et le déplacement de la traverse sont obtenus en fonction du temps, l'acquisition des données est faite à une fréquence de 100 Hz afin d'enregistrer le maximum de valeurs au cours de l'essai. Ces essais ont été réalisés à température ambiante et pression atmosphérique.

Les essais sur les composites ont été réalisés sur une machine servohydraulique INSTRON 8800 équipée d'une cellule de force de 100 kN et de mors mécaniques auto-serrant, dont le pilotage et l'acquisition des données sont effectués par ordinateur (Figure 36). Elle est constituée d'un vérin hydraulique inférieur mobile et d'une traverse supérieure fixe. La vitesse de déplacement du mors mobile a été réglée à 2 mm/min. Les essais ont été réalisés à une température ambiante estimée à

20°C et à pression atmosphérique. Afin de s'assurer de la bonne répétabilité et reproductibilité de l'essai, 5 échantillons de chaque configuration du matériau ont été testés.



(a)

(b)

**Figure 35.** (a) Montage pour l'essai de traction sur les fils, (b) zoom sur la mise en place de l'échantillon



**Figure 36.** Banc de traction INSTRON

## 5. Essai de flambement

Les éprouvettes destinées pour l'essai de flambement ont été réalisées selon la norme NF T51-120-6. Cette norme indique que la longueur utile minimale  $l_0$  de l'éprouvette satisfait à la relation :

$$\frac{l_0}{h} \geq 0.9 \frac{l}{h} \quad (2.5)$$

Où  $\frac{l}{h}$  est le rapport équivalent en flexion 3 points pour lequel la contribution du cisaillement est négligeable et qui vaut 40 dans notre cas. Des éprouvettes parallélépipèdes de 150 mm de longueur utile et 20 mm de largeur sont débitées à partir des plaques précédemment élaborées au moyen d'une machine de découpe par laser TROTEC. De même que pour les essais de traction sur les composites décrits précédemment, l'essai de flambement a été réalisé sur une machine servohydraulique INSTRON 8800, équipée d'une cellule de force de 100 kN et de mors hydrauliques, permettant une bonne tenue des éprouvettes. La vitesse de déplacement du mors mobile a été réglée à 2 mm/min. Les éprouvettes sont testées en compression jusqu'à apparition de fissures sur les faces externes. Afin de s'assurer de la bonne répétabilité et reproductibilité de l'essai, 5 échantillons de chaque matériau sont testés systématiquement.



*Figure 37.* Dispositif expérimental des observations microscopiques.

## 6. Microscopie électronique

Dans cette étude, un microscope électronique à balayage (Figure 37) a été utilisé pour la caractérisation des faciès de rupture afin de visualiser les différents endommagements produits. La tension d'accélération du faisceau utilisée est égale à 10 kV pour les matériaux composites. Les échantillons ont été préalablement métallisés au moyen d'un métalliseur Cressington 108 AUTO qui réalise le dépôt d'un film d'or sur la surface de l'échantillon afin de la rendre conductrice. Une étude

préalable a permis de fixer le temps de métallisation à 1min30s 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 l'endommagement.

## 7. Emission acoustique

Afin d'identifier le processus d'endommagement des éprouvettes stratifiés lin/époxy, les essais mécaniques de traction et de flambement décrits précédemment ont été effectués avec suivi par émission acoustique. Le système d'acquisition utilisé est composé de deux capteurs piézoélectriques de type Micro-80 ayant une bande passante de 20 KHz à 1 MHz et d'un logiciel nommé AEWIN fourni par la société MISTRAS qui permet l'enregistrement en temps réel des signaux émis lors de la sollicitation (Figure 38). Un gel de couplage est utilisé entre les capteurs et l'échantillon afin de permettre une bonne détection et transmission des signaux acoustiques du matériau vers les capteurs. Les événements acoustiques ont été enregistrés pendant l'essai avec une fréquence d'acquisition de 1 MHz.

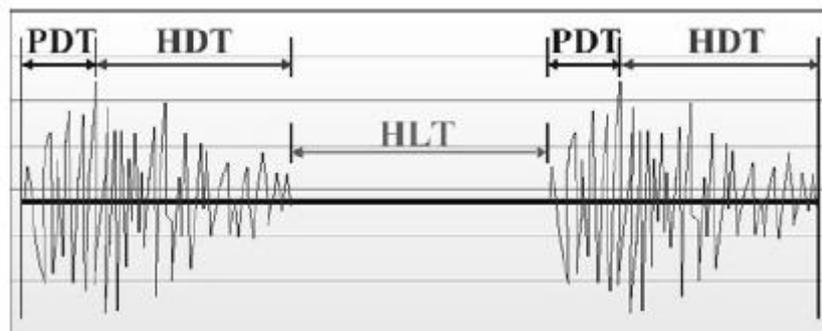


*Figure 38.* Dispositif d'essais et de suivi par émission acoustique

Des essais préliminaires tel que l'essai de « cassé de mine » ont été réalisés et répétés avant chaque essai afin de fixer la vitesse de propagation des ondes dans un tel milieu et vérifier les paramètres d'acquisition et le bon fonctionnement de la chaîne d'acquisition. Le seuil d'acquisition des signaux est fixé à 45dB. Cette valeur est ajustée en fonction du bruit de fond existant dans la salle d'essai, un seuil d'acquisition trop faible peut entraîner un déclenchement continu et donc une saturation du système d'acquisition. Par contre, un seuil trop élevé réduit le nombre de signaux détectables et peut masquer certains phénomènes. Deux préamplificateurs de gain 40 dB ont été utilisés afin d'assurer l'adaptation de l'impédance électrique, l'amplification et le filtrage des signaux. Le système d'acquisition nécessite également d'autres réglages préliminaires pour certains paramètres de

configuration. Ces derniers permettent par la suite de caractériser les signaux acoustiques. Parmi ces paramètres, on trouve les fenêtres d'acquisition temporelles glissantes nommées Hit Definition Time (HDT), Hit lockout (HLT) et Peak Definition Time (PDT) et sont définies comme suit (Figure 39) :

- le PDT permet de déterminer le pic de plus forte amplitude et le temps de montée de la salve d'EA. Un PDT trop court pourrait avoir pour conséquence une estimation du temps de montée trop faible. Cette fenêtre débute au premier dépassement de seuil et est reconduite si un nouveau maximum est mesuré dans le PDT, ce dernier est fixé à 200  $\mu\text{s}$  dans notre cas ;
- le HDT permet de déterminer la fin de la salve et donc sa durée. Cette fenêtre est reconduite à chaque dépassement de seuil. Si aucun dépassement n'est présent dans le HDT, alors la fin de la salve est définie par le dernier dépassement de seuil. Le HDT doit être aussi court que possible pour éviter d'envelopper deux salves rapprochées et de les considérer comme une seule, il est fixé à 400  $\mu\text{s}$  ;
- le HLT permet d'exclure d'éventuelles réflexions tardives dans les signaux d'EA. Il débute à la fin du dernier HDT. Ce paramètre crée un temps mort à la fin de l'enregistrement d'une salve permettant d'ignorer entre autre les réflexions de cette salve. Ces valeurs vont définir la manière dont seront calculés les paramètres des signaux d'EA, il est fixé à 1000  $\mu\text{s}$ .



**Figure 39.** Paramètres d'acquisition des salves acoustiques [91]

# **Chapitre 3. Comportement des composites stratifiés à renfort du lin sous traction**

Ce chapitre a pour objectif d'identifier les propriétés mécaniques du composite lin/époxy sous sollicitation de traction mécanique et les endommagements qui en découlent. Des composites stratifiés composés de 8 plis de tissu toile en fil ont été élaborés par moulage sous vide selon le processus décrit au chapitre 2 afin d'en extraire des éprouvettes suivant trois directions. En premier lieu, les propriétés générales du composite ont été étudiées, notamment les fractions volumiques de ses constituants. Par la suite, des essais de traction quasi-statiques ont été effectués sur des éprouvettes sollicitées dans le sens chaîne  $0^\circ$ , sens trame  $90^\circ$  et à  $45^\circ$  avec suivi par émission acoustique. Ces données ont permis d'identifier les mécanismes d'endommagement propres à chaque configuration et de suivre leur évolution pendant l'essai. Ainsi, plusieurs groupes d'évènements acoustiques semblables ont été obtenus dans les différentes configurations analysées. Des études macro et microscopiques de la rupture ont été effectuées pour proposer une corrélation entre les classes d'EA enregistrées et les endommagements observés.

### 1. Analyse de la microstructure

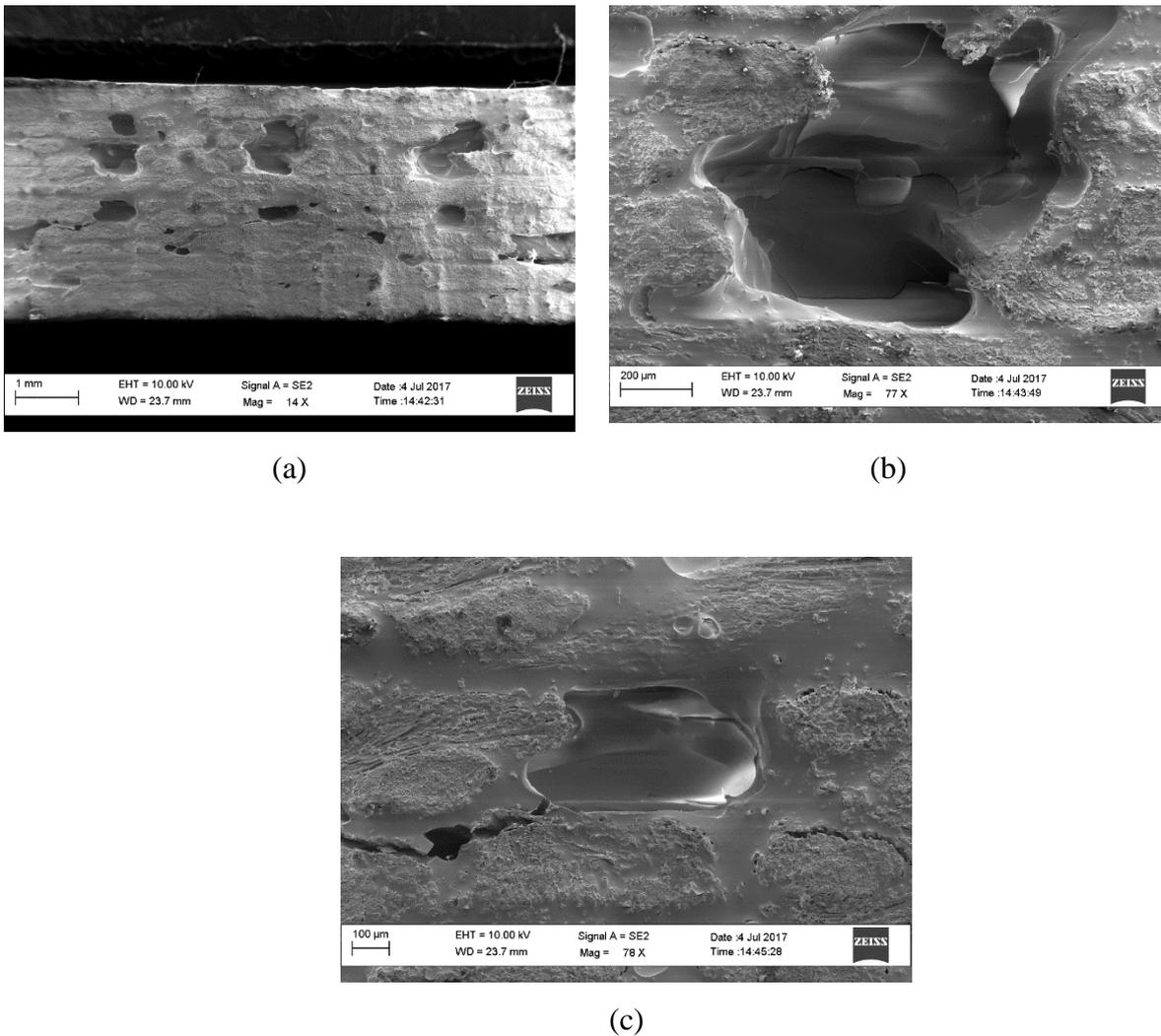
L'analyse de la microstructure d'un composite est la première étape vers sa caractérisation mécanique. En effet, elle renseigne sur l'organisation du renfort dans la matrice, la présence ou non de porosité ou encore d'éventuels problèmes d'interfaces entre les fibres et la matrice.

Avant de procéder à toute découpe, une analyse de la microstructure a été effectuée afin de déterminer la fraction volumique de chaque constituant. La méthodologie suivie a été expliquée dans le chapitre 2. Les résultats obtenus sont récapitulés dans le Tableau 3.

	Fibre	Matrice	Porosité
Taux volumique (%)	46,9±0,96	29,8±1,47	23,3±2,28

**Tableau 3.** Taux volumiques des différents constituants du composite

Ensuite, des observations microscopiques ont été réalisées sur des sections du composite. Des échantillons du matériau (1 cm x 1 cm) ont été prélevés de la plaque élaborée au moyen d'une machine de découpe par laser. Plusieurs observations ont été effectuées sur les photographies obtenues au MEB, présentées en Figure 40(a) à (c). Tout d'abord, l'analyse d'un champ large comme celui présenté en Figure 40(a) montre que la répartition globale de la matrice au sein du composite est variable et hétérogène et qu'il y a des zones locales de forte concentration et d'autres moins riches, occupées plutôt par des cavités. On note la présence de porosité débouchante sur la surface (Figure 40(b)). En revanche, quelques craquelures sont observables à différents endroits indiquant le début d'amorçage du délaminage (Figure 40(c)).



**Figure 40.** Observations microscopiques effectuées sur un échantillon (a) vue globale du composite, (b) présence d'une porosité débouchante, (c) présence d'une craquelure sur la surface

Le taux de porosité obtenu est assez élevé et atteint les 23% du volume total de la plaque, ce qui va par la suite affecter et dégrader de manière significative les propriétés mécaniques de la pièce. Plusieurs causes et aspects liés à la voie d'obtention sont susceptibles d'être à l'origine de l'apparition des porosités, on cite essentiellement des causes mécaniques et thermiques [122].

- Pour l'imprégnation du renfort, la création de porosité par voie mécanique concerne directement l'étape de drapage. Des microcavités gazeuses se forment lorsqu'une fibre est rompue ou lors d'une pliure, d'un chevauchement de plis ou d'un décalage entre deux plis au sein du composite. La vitesse de dépose de la nappe et la pression d'application sont des paramètres principaux qui affectent l'adhésion des plis entre eux et qui doivent être contrôlés pour minimiser la présence de porosité dans la pièce finale. Or, comme le drapage est manuel dans notre cas, ces deux paramètres n'ont pas été maîtrisés, ce qui favorise la création

d'éventuelles bulles d'air qui se logent entre les plis et explique en partie le taux de porosité élevée.

- La dépression joue un rôle majeur. Plus elle est importante, meilleure est la compaction et le taux de porosité est réduit. Cependant, une dépression trop importante pourrait jouer le rôle inverse en essorant une quantité importante de matrice et par la suite accentuer le taux de porosité. Lors de l'élaboration des plaques et pour des raisons opératoires, on n'a pas pu jouer sur ce facteur et le faire varier, ainsi, on s'est contenté d'une pression égale à 0,8 bar qui est moyennement faible et donc n'assure pas une compaction optimale.
- Les causes thermodynamiques essentielles qui peuvent générer la formation des bulles de gaz sont soit une augmentation rapide de la température localement dans la résine, soit une rapide décompression. Au sein de la résine, les molécules de gaz diffusent au hasard et finissent par se rencontrer d'autant plus facilement que leur concentration est élevée.
- Le taux de porosité élevé peut s'expliquer également par l'architecture et la structure du tissu en lin qui est insuffisamment rempli, présentant un taux de vide de 35% entre les fils des sens chaîne et trame, ce qui favorise l'évacuation et l'expulsion d'une quantité importante de matrice lors de la dépression.
- Le caractère hydrophile du tissu en lin accentue également le taux de porosité suite à sa faible compatibilité chimique avec la matrice. En fait, la compatibilité fibre/matrice est principalement gouvernée par la polarité de surface des deux entités en présence. Dans notre cas, la présence des fibres polaires (hydrophiles) et d'une matrice époxy apolaire (hydrophobe) conduit à une adhésion faible entre les deux matériaux, favorisant la création des porosités (Figure 40(a)).
- D'autre part, le tissu de lin, laissé à l'air ambiant avant de procéder à la fabrication, tend à capter l'humidité présente dans l'atmosphère et à se gonfler, accentuant par la suite la faible adhésion.

## **2. Comportement mécanique des composites stratifiés**

### **2.1. Développement théorique des propriétés mécaniques**

Dans ses travaux portant sur la caractérisation et l'optimisation des préimprégnés fibre de lin/résine époxy, Cherif et al. [123] a établi les expressions théoriques des différentes grandeurs caractéristiques du comportement mécanique. La démarche qu'il a suivie est reprise dans cette section. Cette modélisation du comportement élastique d'une couche à renfort tissu consiste à considérer un pli comme l'assemblage de deux couches unidirectionnelles : une couche chaîne orientée à  $0^\circ$  et une

couche trame orientée à 90°. L'embuvage des fils résultant de leur entrelacement ainsi qu'un désalignement éventuel des fils ne sont pas pris en compte pour l'instant dans le calcul.

Une base locale orthonormée associée à chacune des couches unidirectionnelles qui constituent le pli de tissu a été définie et désignée par  $B(L, T)$ . Cette base est caractérisée par deux axes principaux dont l'axe  $L$  correspond au sens chaîne et l'axe  $T$  au sens trame. Les coefficients d'élasticité correspondant à chaque couche et qui caractérisent son comportement sont notés :  $E_{L\ chaîne}, E_{T\ chaîne}, \nu_{LT\ chaîne}, G_{LT\ chaîne}$  pour la couche chaîne et  $E_{L\ trame}, E_{T\ trame}, \nu_{LT\ trame}, G_{LT\ trame}$  pour la couche trame.  $E_L$  et  $E_T$  désignent les modules de Young longitudinal et transversal tandis que  $\nu_{LT}$  représente le coefficient de Poisson et  $G_{LT}$  le module de cisaillement. Le module de Young longitudinal  $E_L$  d'un stratifié comportant une couche chaîne et une couche trame s'écrit sous la forme suivante :

$$E_{L\ comp} = (1 - \alpha)[k_G \alpha_{chaîne} E_{L\ chaîne} + (1 - k_G) \alpha_{trame} E_{T\ trame}] \quad (3.1)$$

Les paramètres  $\alpha_{chaîne}$ ,  $\alpha_{trame}$  et  $k_G$  sont exprimés comme suit :

$$\alpha_{chaîne} = \frac{1}{1 - \frac{E_{T\ chaîne}}{E_{L\ chaîne}} \nu_{LT\ chaîne}^2} \quad (3.2)$$

$$\alpha_{trame} = \frac{1}{1 - \frac{E_{T\ trame}}{E_{L\ trame}} \nu_{LT\ trame}^2} \quad (3.3)$$

$$k_G = \frac{n_{chaîne}}{n_{chaîne} + n_{trame}} \quad (3.4)$$

$n_{chaîne}$  désigne le nombre de fils suivant la direction chaîne tandis que  $n_{trame}$  désigne les fils suivant la direction trame.  $k_G$  représente le coefficient d'équilibrage de tissu. Etant donné que le tissu utilisé comme renfort est équilibré physiquement donc  $n_{chaîne} = n_{trame}$  et par la suite  $k_G = \frac{1}{2}$ .  $\alpha$  est défini comme suit :

$$\alpha = \frac{[k_G \alpha_{chaîne} \nu_{LT\ chaîne} E_{T\ chaîne} + (1 - k_G) \alpha_{trame} \nu_{LT\ trame} E_{L\ trame}]^2}{[k_G \alpha_{chaîne} E_{L\ chaîne} + (1 - k_G) \alpha_{trame} E_{T\ trame}][k_G \alpha_{chaîne} E_{T\ chaîne} + (1 - k_G) \alpha_{trame} E_{L\ trame}]} \quad (3.5)$$

A partir des équations précédentes ((3.2), (3.3) et (3.6)), il a été démontré qu'on peut considérer  $\alpha_{chaîne} = 1$ ,  $\alpha_{trame} = 1$  et  $\alpha = 0$  [124] [126]. D'où, on peut exprimer l'équation (3.1) sous la forme suivante :

$$E_{L\ comp} = \frac{1}{2} [E_{L\ chaîne} + E_{T\ trame}] \quad (3.7)$$

De façon parallèle au développement établi ci-dessus qui se base sur la décomposition du pli élémentaire en 2 couches unidirectionnels, le module de Young longitudinal du composite, dont le renfort est tissé, peut être exprimé à l'aide de la loi des mélanges et ceci en introduisant les propriétés des constituants élémentaires de chaque pli, ce qui aboutit à :

$$E_{L\ chaîne} = E_m V_m + E_{fil\ chaîne} V_f \quad (3.8)$$

$$E_{L\ trame} = \frac{E_m E_{fil\ trame}}{E_m V_f + E_{fil\ trame} V_m} \quad (3.9)$$

$V$  représente la fraction volumique et l'indice  $m$  (respectivement  $f$ ) représente la matrice (respectivement les fibres).

$E_{L\ chaîne}$ , qui représente le module de Young longitudinal d'une couche dont les fils sont disposés suivant la direction chaîne, implique l'application de la loi des mélanges selon une configuration parallèle tandis que  $E_{L\ trame}$ , relié au module de Young d'une couche ayant des fils disposés dans le sens trame, fait appel à une configuration en série. En regroupant les deux termes, on obtient :

$$E_{L\ comp} = \frac{1}{2} [(E_m V_m + E_{fil\ chaîne} V_f) + \left( \frac{E_m E_{fil\ trame}}{E_m V_f + E_{fil\ trame} V_m} \right)] \quad (3.10)$$

De même, on retrouve l'expression de la contrainte à rupture des composites à renfort tissé, présentée par l'équation (3.11) et dans laquelle on a fait l'hypothèse que la déformation maximale de la matrice est supérieure à celle des fils.

$$\sigma_{L\ comp} = \frac{1}{2} \left[ \left( \sigma_{fil\ chaîne} \left( V_f + V_m \frac{E_m}{E_{fil\ chaîne}} \right) \right) + \left( \frac{\sigma_m \sigma_{fil\ trame}}{\sigma_m V_f + \sigma_{fil\ trame} V_m} \right) \right] \quad (3.11)$$

- **Prise en compte de l'anisotropie du renfort fil**

Lors du développement des équations suivant la loi du mélange, on a supposé l'isotropie des propriétés en traction des fibres et de la matrice. Cependant, cette hypothèse acceptable pour la matrice ne l'est plus pour les fils. Etant donné que les propriétés longitudinales en traction de la majorité des fibres naturelles (lin, jute...) et synthétiques (carbone, kevlar...) sont largement supérieures aux propriétés transversales et qu'un fil est constitué d'un certain nombre de fibres, on obtient des propriétés longitudinales plus élevées que celles transversales.

Il en résulte que la rigidité du fil  $E_{fil\ trame}$ , reliée à la rigidité transversale, doit être multipliée par un ratio d'anisotropie  $k_E$  qui représente le rapport entre la rigidité transversale et axiale du fil. La résistance du fil transversale  $\sigma_{fil\ trame}$  doit être également multipliée par un ratio d'anisotropie notée  $k_\sigma$ . Par la suite, les équations (3.10) et (3.11) deviennent :

$$E_{L\ comp} = \frac{1}{2} [(E_m V_m + E_{fil\ chaîne} V_f) + \left( \frac{E_m E_{fil\ trame} k_E}{E_m V_f + E_{fil\ trame} k_E V_m} \right)] \quad (3.12)$$

$$\sigma_{L\ comp} = \frac{1}{2} \left[ \left( \sigma_{fil\ chaîne} \left( V_f + V_m \frac{E_m}{E_{fil\ chaîne}} \right) \right) + \left( \frac{\sigma_m \sigma_{fil\ trame} k_\sigma}{\sigma_m V_f + \sigma_{fil\ trame} V_m} \right) \right] \quad (3.13)$$

Les études expérimentales menées par Baley [125] sur les fibres de lin ont permis d'estimer un ratio d'anisotropie de rigidité compris entre  $\frac{1}{6}$  et  $\frac{1}{8,5}$ , tandis que les tests de Cichocki et Thomason [127] ont conduit à une valeur de  $\frac{1}{7}$  pour la fibre de jute. Dans le présent travail, on considère que ce paramètre est égal à  $\frac{1}{7}$  pour les deux ratios  $k_E$  et  $k_\sigma$ .

- **Prise en compte des porosités**

Le modèle « loi des mélanges » classique ne tient pas compte des porosités contenues dans le composite. En fait, en plus de réduire le volume efficace de composite lié à la diminution du volume de la matrice, les porosités affectent aussi les propriétés mécaniques en traction des composites et ceci en présentant des zones locales de concentration des contraintes [128] [129] [130]. L'effet de la porosité sur les propriétés mécaniques (rigidité et résistance) des composites renforcée par des fibres naturelles a été prise en compte par l'ajout du terme multiplicatif  $(1 - V_p)^x$  dans la loi des mélanges [130][131][132].  $V_p$  représente la fraction volumique de porosité tandis que  $x$  représente l'exposant

d'efficacité des porosités et permet de quantifier leur effet. Lorsque cet exposant  $x$  vaut 0, l'effet des porosités est de réduire uniquement le volume de composite sollicité. D'où l'équation (3.12) devient :

$$E_{L\ comp} = \frac{1}{2} [(E_m V_m + E_{fil\ chaîne} V_f) + \left( \frac{E_m E_{fil\ trame} k_E}{E_m V_f + E_{fil\ trame} k_E V_m} \right)] (1 - V_p)^x \quad (3.14)$$

Pour les composites à renfort tissé, le facteur de concentration  $x$  a été déterminé en se référant aux résultats obtenus par Cherif Z. [123] où la valeur  $x = 1$  a été obtenue pour les composites à renfort tissé. La rigidité et la résistance effectives du fil dans les deux sens (chaîne et trame) sont exprimées à partir des équations (3.12) et (3.13) dans les deux directions principales. On obtient finalement les relations suivantes :

$$E_{chaîne\ comp} = \frac{1}{2} \left[ (E_m V_m + E_{fil\ chaîne} V_f) + \left( \frac{E_m E_{fil\ trame} k_E}{E_m V_f + E_{fil\ trame} k_E V_m} \right) \right] (1 - V_p) \quad (3.15)$$

$$E_{trame\ comp} = \frac{1}{2} \left[ (E_m V_m + E_{fil\ trame} V_f) + \left( \frac{E_m E_{fil\ chaîne} k_E}{E_m V_f + E_{fil\ chaîne} k_E V_m} \right) \right] (1 - V_p) \quad (3.16)$$

$$\sigma_{chaîne\ comp} = \frac{1}{2} \left[ \left( \sigma_{fil\ chaîne} \left( V_f + V_m \frac{E_m}{E_{fil\ chaîne}} \right) \right) + \left( \frac{\sigma_m \sigma_{fil\ trame}}{\sigma_m V_f + \sigma_{fil\ trame} V_m} \right) \right] (1 - V_p) \quad (3.17)$$

$$\sigma_{trame\ comp} = \frac{1}{2} \left[ \left( \sigma_{fil\ trame} \left( V_f + V_m \frac{E_m}{E_{fil\ trame}} \right) \right) + \left( \frac{\sigma_m \sigma_{fil\ chaîne}}{\sigma_m V_f + \sigma_{fil\ chaîne} V_m} \right) \right] (1 - V_p) \quad (3.18)$$

## 2.2. Résultats expérimentaux des essais de traction

3 types d'éprouvettes ont été testés sous traction. Le banc d'essai ainsi que les conditions expérimentales ont été abordés dans le chapitre 2. Des jauges d'extensométrie ont été utilisées pour des mesures plus précises des déformations. On a travaillé avec des éprouvettes ayant une longueur assez importante comparée à la largeur conformément aux normes décrites dans le chapitre 2 et on a limité les mesures à la partie centrale des éprouvettes.

### 2.2.1. Résultats des essais de traction sur des éprouvettes 100% matrice

Une courbe typique contrainte-déformation d'éprouvettes en matrice époxy est présentée dans la Figure 41. Les valeurs moyennes des propriétés de ces éprouvettes (10 échantillon testés) sont regroupées dans le Tableau 4 Les écarts dans les valeurs d'allongement entre les différentes éprouvettes sont dus aux taux de porosité qui diffèrent d'une éprouvette à une autre suite au dégazage qui a précédé leur élaboration et qui est nécessairement non uniforme, ainsi qu'aux imperfections du dispositif expérimental.

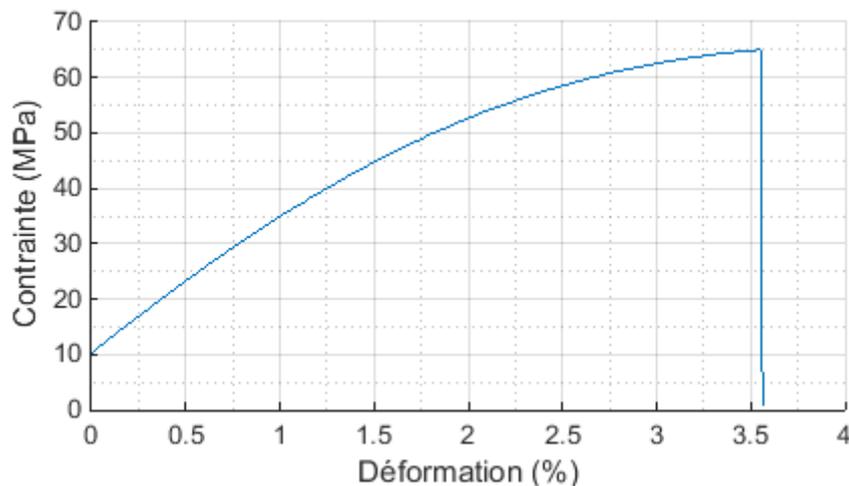


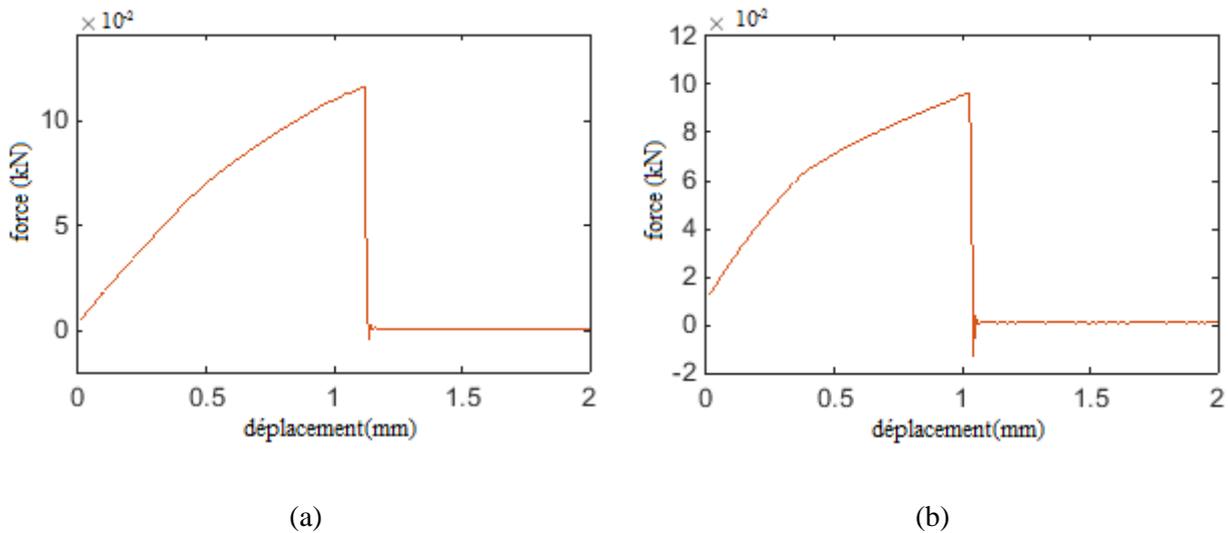
Figure 41. Courbe contrainte-déformation de la matrice époxy

	$E(GPa)$	$\sigma_{rup}(MPa)$	$\varepsilon_{rup}(\%)$
Valeurs moyennes obtenues	$2,4 \pm 0,17$	$59,9 \pm 7,22$	$3,8 \pm 1,35$

Tableau 4. Propriétés mécaniques de la matrice époxy

### 2.2.2. Résultats des essais de traction sur les fils élémentaires

Le comportement identifié suite à des essais de traction réalisées sur les fils élémentaires de ce tissu n'est pas le même suivant le type de fil. Les résultats des essais de tractions pour les deux types de fils montrent une différence dans leur comportement qui se traduit par une variation dans les propriétés, notamment la rigidité et une allure différente de la courbe contrainte-déplacement qui se poursuit jusqu'à la rupture (Figure 42). Les fils du sens trame sont plus rigides ce qui se traduit par un module de Young supérieur de 14,4% par rapport à celui des fils du sens chaîne tandis que l'allongement à la rupture est quasiment le même (à 10% de près) pour les deux fils. C'est pour cette raison qu'on a distingué dans la suite des travaux les 2 orientations du tissu.



**Figure 42.** Courbe force-déplacement des fils élémentaires (a) fil blanc, (b) fil marron

Les propriétés moyennes obtenues pour l'ensemble des échantillons testés sont illustrées dans le Tableau 5 et le Tableau 6.

	$E_{fil\ chaîne}(GPa)$	$\sigma_{fil\ chaîne}(MPa)$	$\varepsilon_{fil\ chaîne}(\%)$
Valeur moyenne obtenue	27,5±4,6	700±38	3,17±0,52

**Tableau 5.** Propriétés mécaniques des fils du sens chaîne

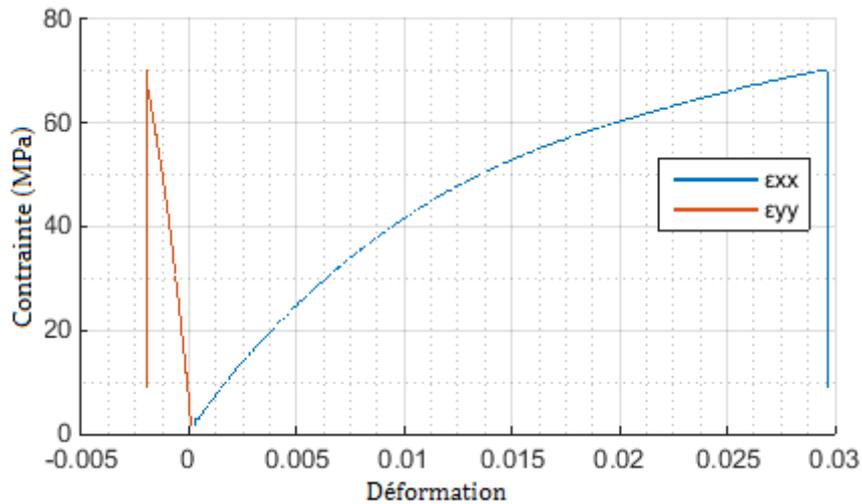
	$E_{fil\ trame}(GPa)$	$\sigma_{fil\ trame}(MPa)$	$\varepsilon_{fil\ trame}(\%)$
Valeur moyenne obtenue	31,47±5,7	1136±72	3,48±0,44

**Tableau 6.** Propriétés mécaniques des fils du sens trame

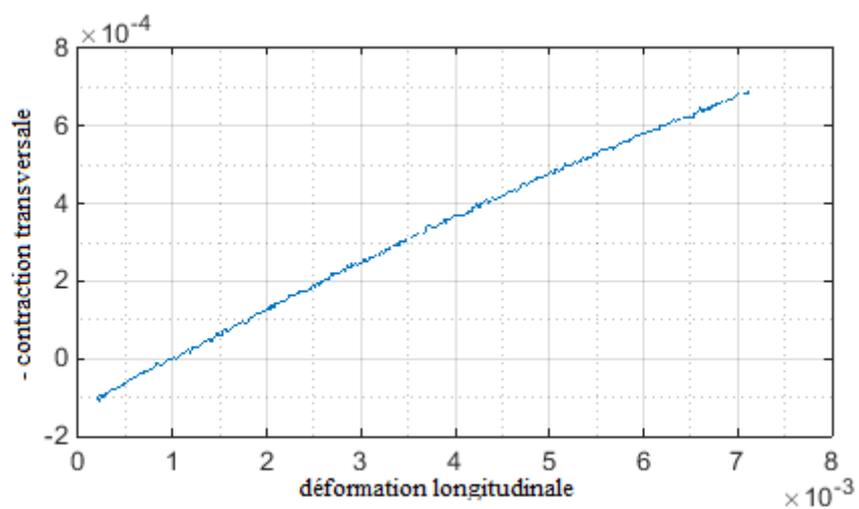
### 2.2.3. Résultats sur les éprouvettes stratifiées à 0°

Une courbe typique d'évolution de la contrainte de traction en fonction des déformations longitudinale et transversale des éprouvettes de type 0° est tracée dans la Figure 43 . Le module de Young est calculé par la pente entre deux niveaux de déformation longitudinale  $\varepsilon_{xx}$ : 0,001 et 0,007. Le comportement des éprouvettes est linéaire au début jusqu'à un certain niveau de chargement estimé à 32 MPa où la plastification apparaît et la prolifération de fissures au sein du matériau commence à se propager. La contrainte à rupture est aux alentours de 65 MPa. La détermination du coefficient de Poisson  $\nu_{12}^0$  est réalisée en traçant l'évolution de la contraction transversale  $\varepsilon_{yy}$  en

fonction de la déformation longitudinale  $\varepsilon_{xx}$  (Figure 44). La valeur retenue pour  $\nu_{12}^0$  est la valeur de la pente de la droite déterminée par approximation linéaire. Les fils du sens chaîne, orientés à  $0^\circ$ , supportent la charge et la réponse du stratifié est dominée par le comportement de ces fils. Le Tableau 7. récapitule les principales propriétés mécaniques obtenues pour ce type de matériau.



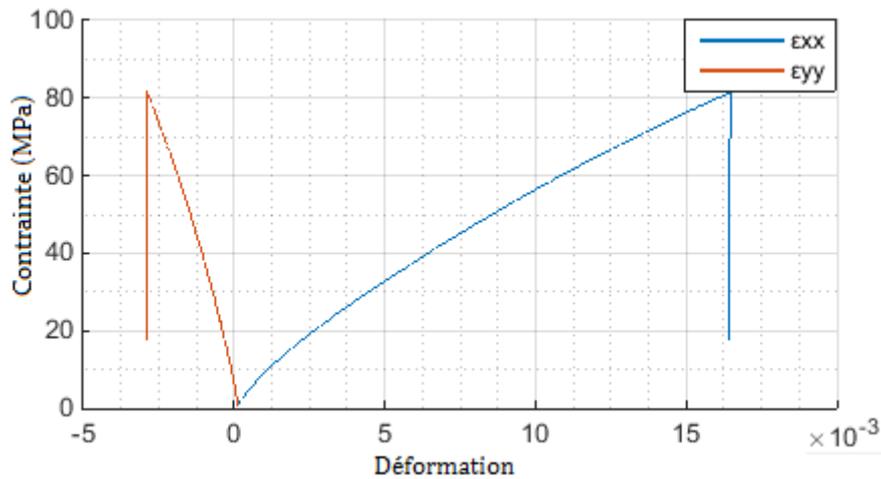
**Figure 43.** Courbe contrainte-déformation des éprouvettes à  $0^\circ$



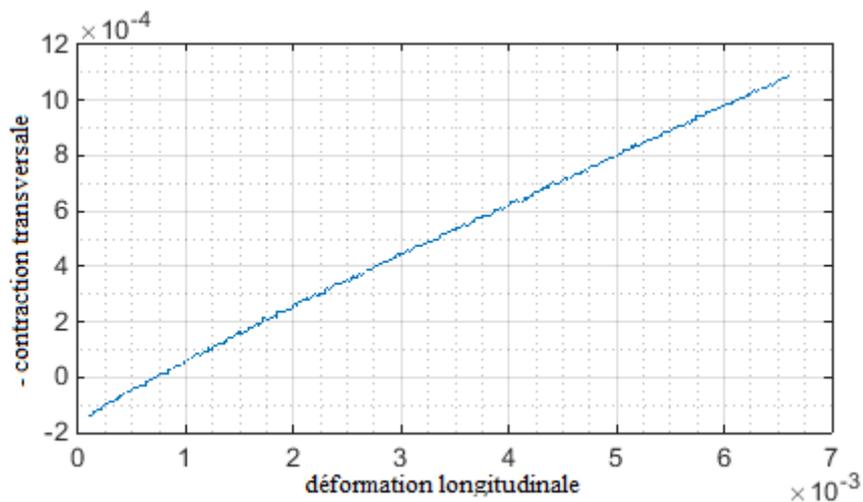
**Figure 44.** Évolution de la contraction transversale en fonction de la déformation longitudinale pour les éprouvettes à  $0^\circ$

	$E_{0^\circ}$ (GPa)	$\nu_{12}^0$	$\sigma_{rup}$ (MPa)	$\epsilon_{rup}$ (%)
Valeur moyenne obtenue	$4,92 \pm 0,31$	$0,133 \pm 0,01$	$64,82 \pm 3,41$	$2,96 \pm 0,82$

**Tableau 7.** Propriétés mécaniques obtenues expérimentalement durant un essai de traction sur les éprouvettes à  $0^\circ$



**Figure 45.** Courbe contrainte-déformation des éprouvettes à  $90^\circ$



**Figure 46.** Évolution de la contraction transversale en fonction de la déformation longitudinale pour les éprouvettes à  $90^\circ$

#### 2.2.4. Résultats sur les éprouvettes stratifiés à $90^\circ$

Pareillement au cas précédent, la courbe typique d'évolution de la contrainte de traction en fonction des déformations longitudinale et transversale des éprouvettes à  $90^\circ$  est représentée dans la Figure 45. Le comportement des éprouvettes est quasi-linéaire tout au long de l'essai, contrairement aux éprouvettes à  $0^\circ$ . Le module de Young est calculé par la pente entre deux niveaux de déformation

longitudinale  $\varepsilon_{xx}$ : 0,001 et 0,007. La contrainte à rupture est aux alentours de 82 MPa. Le coefficient de Poisson  $\nu_{12}^{90}$  est obtenu par régression linéaire en traçant l'évolution de la contraction transversale  $\varepsilon_{yy}$  en fonction de la déformation longitudinale  $\varepsilon_{xx}$  (Figure 46) Les fils du sens trame, orientés selon l'axe de sollicitation supportent la charge et ainsi, la réponse du stratifié est gouvernée par le comportement de ces fils.

Les différentes propriétés mécaniques sont résumées dans le Tableau 8.

	$E_{90^\circ}$ (GPa)	$\nu_{12}^{90}$	$\sigma_{rup}$ (MPa)	$\varepsilon_{rup}$ (%)
Valeur moyenne obtenue	5,2±0,35	0,182±0,04	81,6±2,36	1,64±0,44

**Tableau 8.** Propriétés mécaniques obtenues expérimentalement durant un essai de traction sur les éprouvettes à 90°

### 2.2.5. Analyse de la différence entre valeurs théorique et expérimentale

Un écart important entre les valeurs expérimentales et théoriques est constaté pour les deux configurations des éprouvettes (Tableau 9).

	$E_{0^\circ}$ (GPa)	$E_{90^\circ}$ (GPa)	$\sigma_{rup}^{0^\circ}$ (MPa)	$\sigma_{rup}^{90^\circ}$ (MPa)
Valeur expérimentale	4,92	5,2	64,82	81,6
Loi des mélanges	6,9	7,51	145,47	156,75
Différence (%)	28,7	30,75	55,44	47,9

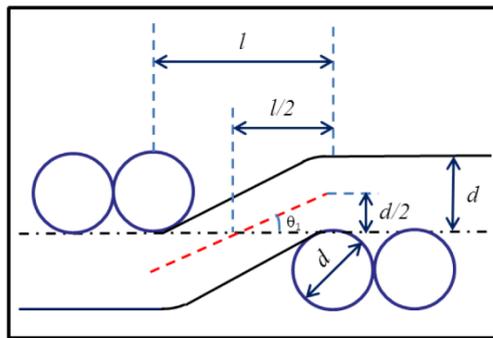
**Tableau 9.** Ecart entre valeurs expérimentale et théorique des propriétés mécaniques dans le sens 0° et 90°

La porosité importante contenue dans les matériaux (23,3%) est le principal facteur à l'origine de l'écart entre valeurs expérimentale et théorique. Ainsi, on a tenu compte de cet écart dans la loi de mélange en considérant la valeur  $x = 1$  pré-établie pour les composites à renfort tissé mais étant donné que le tissu utilisé dispose d'une architecture assez spécifique et un taux de vide de 35%, il s'avère que cette valeur de facteur ne représente pas le vrai effet de la porosité sur les propriétés mécaniques de notre matériaux. Ces porosités ont fragilisé l'adhésion des plis et donc le transfert de charge entre les couches du stratifié. La valeur  $x = 1$  ne reflète donc pas le réel impact des cavités sur le comportement mécanique des éprouvettes. En effet, en inversant les formules, on identifie que la valeur de  $x$  qui donnent des valeurs expérimentales et théoriques confondues est égale à 2,35. Toutefois, attribuer cette valeur à l'influence des porosités élimine tous les autres facteurs possibles et dont on fait l'inventaire ci-dessous :

- L'embuvage du tissu, appelé parfois « retrait » qui se manifeste par les ondulations des fils accentue cet écart. Pour un tissu équilibré physiquement, la différence d'embuvage entre la chaîne et la trame est générée pendant l'opération du tissage et ceci en appliquant une tension

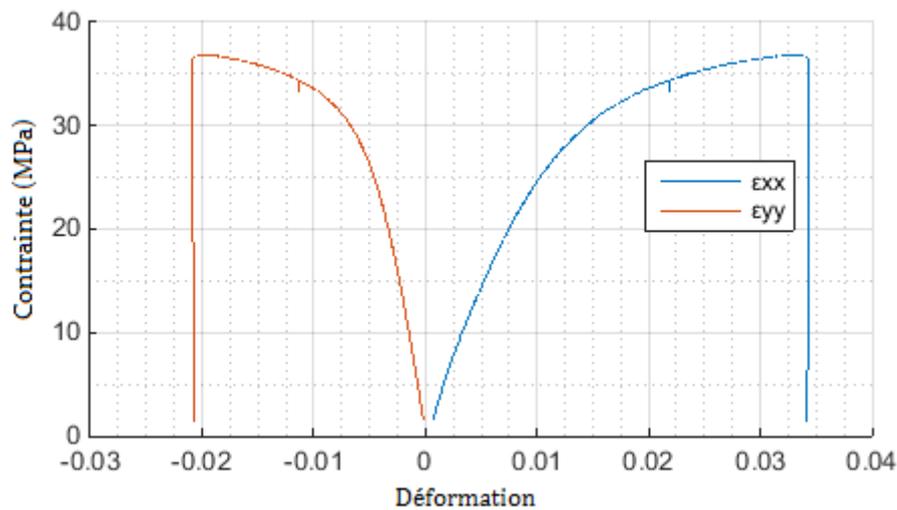
différente sur les fils lors de cette opération. Elle peut provenir également des opérations de pré-traitements et de traitements que subit le fil. Cela mène à des fils droits ou peu ondulés dans un sens contre des fils beaucoup plus ondulés dans l'autre sens. Cette configuration provoque une baisse des propriétés mécaniques dans le sens des fils ondulés et une valorisation optimale des fils droits. L'embuvage est calculé par le rapport suivant :

$$E(\%) = \frac{\text{longueur fil} - \text{longueur tissu}}{\text{longueur tissu}} \cdot 100 \quad (3.19)$$

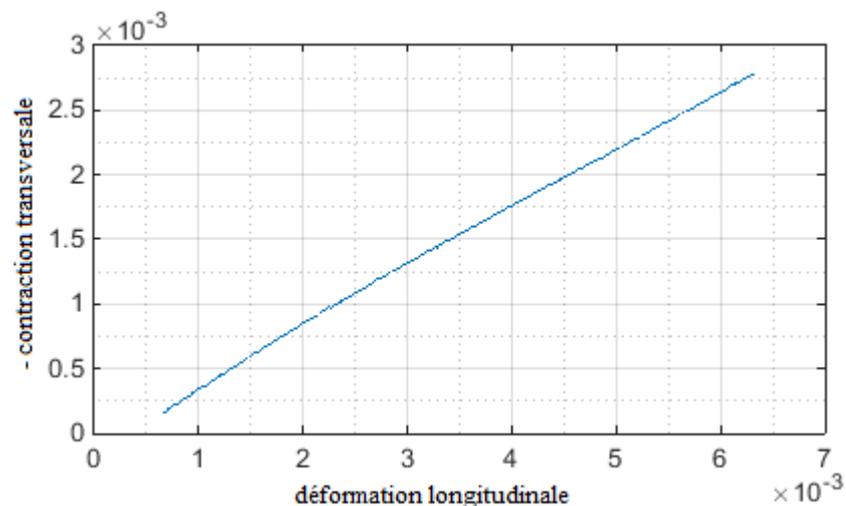


**Figure 47.** Embuvage d'un tissu [123]

- Le processus de fabrication où la stratification manuelle des plis ne permet pas d'avoir un alignement parfait des fils.
- Un désalignement des jauges lors de leur collage avec la direction de la charge appliquée et qui, même faible, peut entraîner des valeurs mesurées nettement plus faibles que les valeurs réelles.
- La qualité de l'interface qui joue un rôle important. Etant donné que les fibres de lin sont de nature hydrophile et la matrice époxy utilisée pour fabriquer ces composites est particulièrement hydrophobe, leur compatibilité chimique est faible ce qui génère une imprégnation incomplète des fils et par la suite la formation d'une interface fil/matrice faible (dite non-liée) qui est à l'origine de mauvais transferts de charge, favorisant par la suite l'écart entre valeur expérimentale et valeur théorique. En effet, l'empilement des couches de tissus imprégnés de résine contribue à obtenir une alternance de zones riches en résine et de zones pauvres en résine comme le montrent les coupes dans l'épaisseur de stratifiés à plis tissés. On peut également envisager que seule une partie des fils (par exemple les mieux imprégnées par la résine, les plus résistantes ou les mieux réorientées par rapport à l'axe de sollicitation) continuent de participer au renforcement de la matrice, ce qui justifie en une partie l'écart important pour les contraintes de rupture.



**Figure 48.** Courbe contrainte-déformation des éprouvettes à 45°



**Figure 49.** Évolution de la contraction transversale en fonction de la déformation longitudinale pour les éprouvettes à 45°

### 2.2.6. Résultats sur les éprouvettes stratifiés à 45°

Autre que le module de rigidité, la contrainte de rupture et l'allongement à la rupture, l'essai des éprouvettes à 45° permet de déterminer notamment le module et la contrainte de cisaillement notés respectivement  $G_{LT}$  et  $\tau_{LT}$ . L'allure de la courbe contrainte-déplacement est présentée dans la

Figure 48. On remarque une contraction transversale à la rupture qui atteint 2% contre 0,2% pour les éprouvettes à 0° et 90°, ce qui indique une striction plus importante de la zone de rupture. Egalement, la plasticité est plus marquée chez les éprouvettes à 45° en comparaison des configurations 0° et 90°. Conformément aux deux cas précédents, le module de rigidité a été déterminé en calculant la pente à l'origine de la courbe force-déplacement longitudinal et le coefficient de poisson en traçant l'évolution de la contraction transversale en fonction de déplacement longitudinal (Figure 49) et en

déterminant par régression linéaire la pente de ce dernier. Le module et la contrainte de cisaillement vont être déduites par la suite par calcul, en connaissant les propriétés élastiques des éprouvettes à  $0^\circ, 90^\circ$  et  $45^\circ$ .

	$E_{45^\circ}$ (GPa)	$\nu_{12}^{45^\circ}$	$\sigma_{rup}$ (MPa)	$\varepsilon_{rup}$ (%)
Valeur moyenne obtenue	3,35±0,38	0,45±0,01	41,67±5,36	1,12±0,27

**Tableau 10.** Propriétés mécaniques obtenues expérimentalement durant un essai de traction sur les éprouvettes à  $45^\circ$

En considérant que les éprouvettes testées, renforcées par un renfort tissé en lin, sont orthotropes et que l'état de contrainte est plane, la rigidité à la traction  $E_{45}$  peut être exprimée sous la forme suivante [133][134] :

$$E_\theta = \frac{1}{\frac{\cos^4\theta}{E_L} + \frac{\sin^4\theta}{E_T} + \left(\frac{1}{G_{LT}} - 2\frac{\nu_{LT}}{E_L}\right)\sin^2\theta\cos^2\theta} \quad (3.20)$$

L et T désignent les directions longitudinale et transversale du composite, ce qui permet de déduire l'équation (3.21).

$$\frac{1}{G_{LT}} = \frac{4}{E_{45}} - \frac{1}{E_L} - \frac{1}{E_T} + 2\frac{\nu_{LT}}{E_L} \quad (3.21)$$

En connaissant les valeurs expérimentales de  $E_L$ ,  $E_T$  et  $\nu_{LT}$ , l'application numérique donne  $G_{LT} = 1,04$ .

De même, la contrainte à rupture  $\sigma_\theta$  suivant une direction  $\theta$  dépend de la direction angulaire et des contraintes à rupture longitudinale, transversale et de cisaillement. Ainsi, d'après la théorie de la contrainte maximale, on caractérise trois modes de défaillance.

- Premier mode : pour un angle compris entre  $0^\circ$  et  $15^\circ$ , la rupture est due à celle des fibres sous traction et exprimée comme suit :

$$\sigma_\theta = \frac{\sigma_L}{\cos^2\theta} \quad (3.22)$$

- Deuxième mode : pour un angle compris entre  $15^\circ$  et  $40^\circ$ , la rupture est plutôt dominée par le cisaillement parallèle et exprimée par :

$$\sigma_\theta = \frac{\tau_{LT}}{\sin\theta \cdot \cos\theta} \quad (3.23)$$

$\tau_{LT}$  représente la contrainte à rupture en cisaillement.

- Troisième mode : lorsque la rupture est perpendiculaire aux fibres :

$$\sigma_{\theta} = \frac{\sigma_T}{\sin^2\theta} \quad (3.24)$$

Le critère de Tsai-Hill prend en considération ces trois modes de rupture en les associant dans une seule expression (3.25):

$$\frac{1}{\sigma_{\theta}^2} = \frac{\cos^2\theta(\cos^2\theta - \sin^2\theta)}{\sigma_L^2} + \frac{\sin^4\theta}{\sigma_T^2} + \frac{\cos^2\theta\sin^2\theta}{\tau_{LT}^2} \quad (3.25)$$

La contrainte de cisaillement  $\tau_{LT}$  est déduite à partir de la dernière expression (3.25), ainsi elle s'exprime sous la forme :

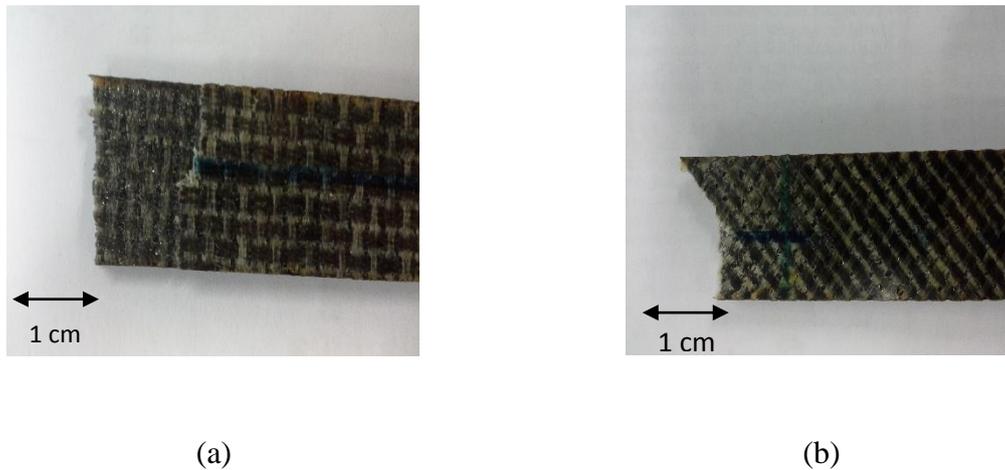
$$\frac{1}{\tau_{LT}^2} = \frac{1}{\cos^2\theta \cdot \sin^2\theta \cdot \sigma_{\theta}^2} - \frac{(\cos^2\theta - \sin^2\theta)}{\sin^2\theta \cdot \sigma_L^2} - \frac{\sin^2\theta}{\cos^2\theta \cdot \sigma_T^2} \quad (3.26)$$

En connaissant les contraintes  $\sigma_L$ ,  $\sigma_T$  et  $\sigma_{45^\circ}$ , on en déduit la valeur de  $\tau_{LT} = 20,26 \text{ MPa}$ .

### 3. Diagnostic des éprouvettes en rupture

#### 3.1. Analyse macroscopique de la rupture

Dans un premier temps, des observations macroscopiques à l'aide d'une loupe binoculaire ont été effectuées sur les éprouvettes endommagées dans le but d'inventorier les phénomènes mécaniques qui gouvernent la dégradation du composite étudié. Les profils de rupture caractéristiques des différentes éprouvettes sont présentés sur la et différents constats peuvent en être tirés. Pour les éprouvettes orientées à  $0^\circ$  et  $90^\circ$ , le profil de rupture est rectiligne transverse, avec une surface importante de délaminage des différents plis et on peut observer tout de même les fils rompus. En revanche, le front de rupture suit une orientation à plus ou moins  $45^\circ$  pour les échantillons à  $45^\circ$ .

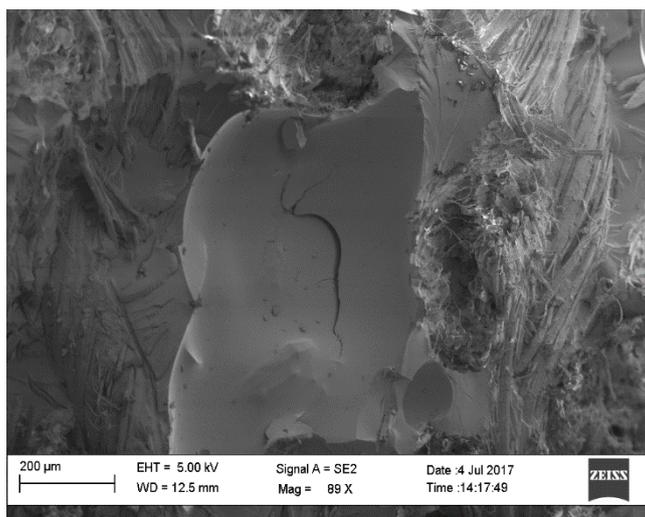


**Figure 50.** Fronts de rupture d'éprouvettes composites dans les différentes configurations (a) sens  $0^\circ$  et  $90^\circ$ , (b) sens  $45^\circ$ .

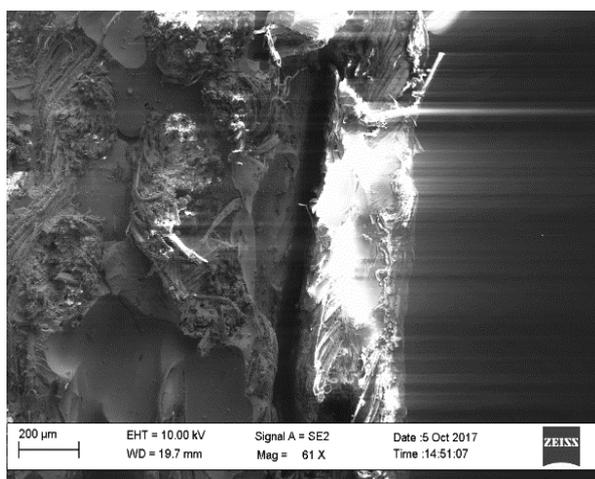
### 3.2. Analyses microscopiques de la rupture

Pour une analyse plus détaillée, des mécanismes d'endommagement, des observations supplémentaires des faciès de rupture ont été effectuées au microscope électronique à balayage. Ces analyses ont révélé la présence de plusieurs types de mécanismes qu'on peut facilement distinguer. On remarque ainsi :

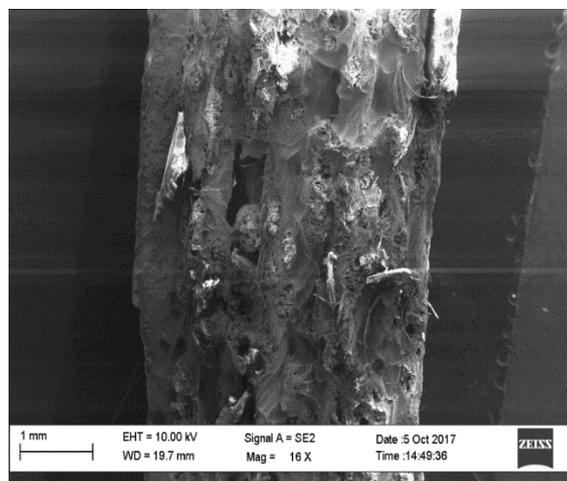
- fissuration matricielle : la présence de craquelures dans la matrice pour les 3 types d'éprouvette testées (Figure 51) indiquant l'existence de fissurations matricielles ;
- délaminage : les observations au MEB des différents faciès de rupture pour toutes les configurations montrent notamment l'existence du délaminage (Figure 52). Cet endommagement s'explique en partie par la mauvaise imprégnation des plis entre eux, par conséquent, les efforts ne sont pas bien transmis vers tous les plis ;
- rupture des fibres : elle intervient finalement et est observée pour toutes les configurations d'éprouvettes, ce phénomène marque la rupture complète et définitive du matériau. On remarque que la rupture des fils a lieu au ras de la matrice indiquant qu'on n'a pas eu de déchaussement des fils (Figure 53) ;
- des endommagements des fibres qui constituent les fils: ces endommagements ont été observés pour les éprouvettes à  $45^\circ$ , ils semblent être des fissurations entre les fibres (Figure 54).



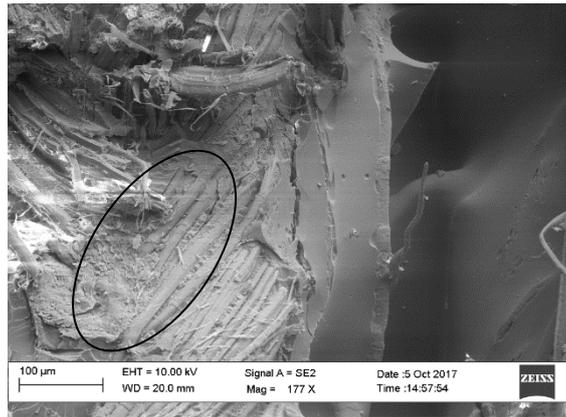
*Figure 51.* Observation du mécanisme de la fissuration matricielle.



*Figure 52.* Observation microscopique du délaminage



*Figure 53.* Observation microscopique des ruptures des fils



**Figure 54.** Endommagement des fibres constituant le fil

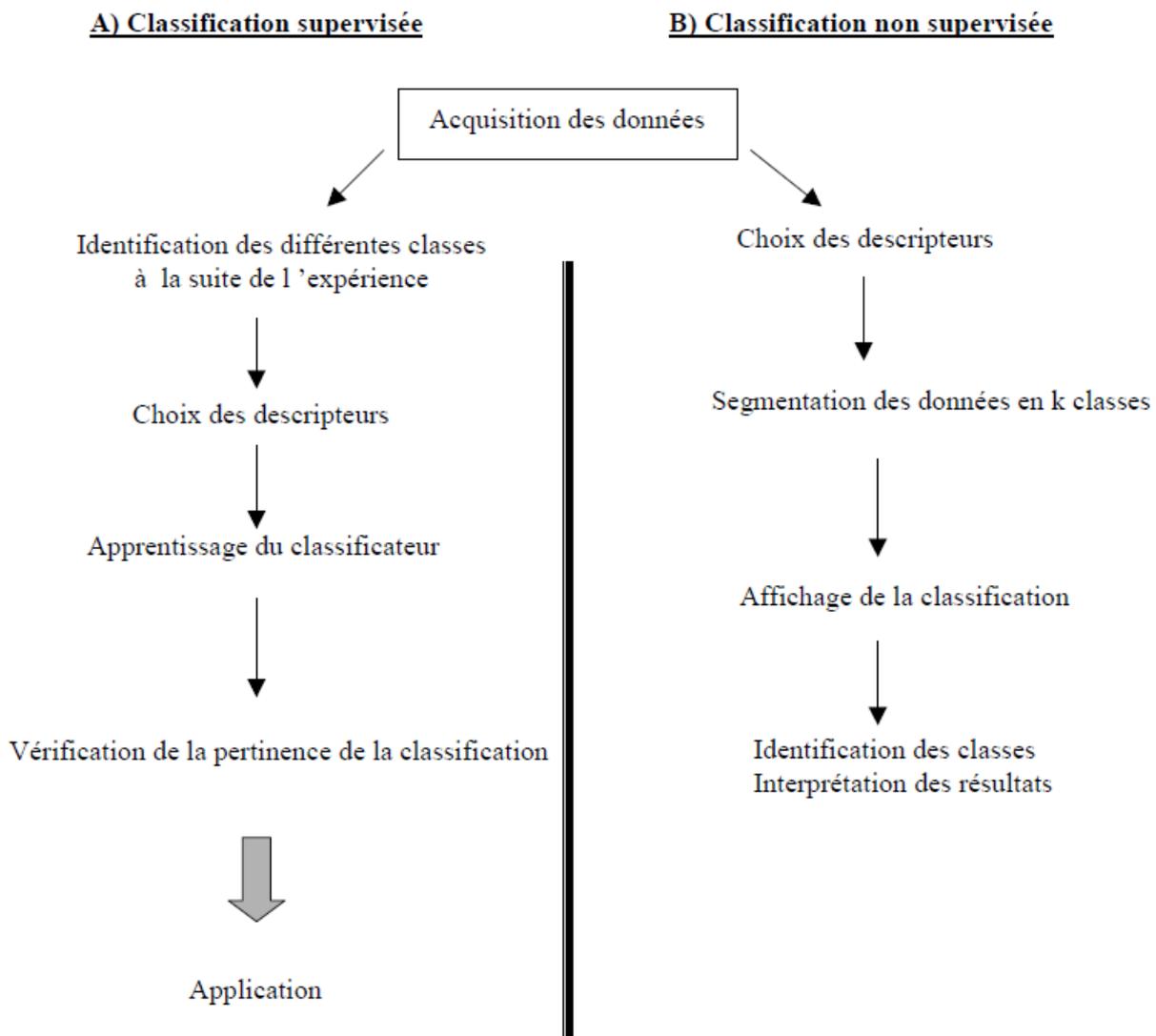
## 4. Analyse de l'endommagement par émission acoustique

### 4.1. Méthodologie de classification et d'analyse

Diverses méthodes d'analyse statistique permettent de classifier les données acoustiques. En fait, il est primordial après collecte d'information de faire appel à des méthodes qui détectent les ressemblances ou les différences entre les événements enregistrés en se basant sur l'analyse de plusieurs paramètres caractéristiques qui sont appelés dans ce cas des descripteurs. Le choix, parmi de très grandes quantités de données, des descripteurs pour la segmentation des données en classes est le principe fondamental de ces méthodes. La conception d'un classificateur, qui a pour rôle d'attribuer chaque signal à une classe donnée, se fait en respectant plusieurs étapes telles que le choix des descripteurs pertinents, l'acquisition des données expérimentales, la détermination de la fonction de classification et puis l'évaluation du taux d'erreur et validation. Deux grandes familles de méthode de classification des données existent (Figure 55) :

- Méthodes de classification supervisée : ce sont des méthodes qui nécessitent un jeu de données déjà identifié pour construire le modèle statistique. Les classes sont à priori connues par l'utilisateur. Cette méthode nécessite une bibliothèque de signaux déjà labellisés et ceci d'après les données acoustiques collectées lors des essais réalisés antérieurement. Par la suite, il suffit de comparer un signal détecté aux signaux de la bibliothèque et de l'attribuer à la classe dont il est le plus proche. Nous pouvons citer comme exemple les techniques de l'analyse de Fisher, la méthode LVQ (Learning Vector Quantization) ou bien la méthode des k-plus proches voisins.
- Méthode de classification non supervisée : les classes ne sont pas à priori identifiées par l'utilisateur. Cette classification ne demande aucune information préalable sur les données. Elle consiste à rassembler les événements enregistrés en classes de signaux

mathématiquement semblables. Par la suite, l'attribution des mécanismes d'endommagement aux classes d'évènements acoustiques se fait en recourant à des observations expérimentales in-situ et post-mortem. Nous pouvons citer comme exemples les méthodes d'analyse en composantes principales, des k-moyennes, de carte de Kohonen.



**Figure 55.** Les différentes étapes de la classification A) supervisée, B) non supervisée [135]

Suite aux essais réalisés, on a traité les données récoltées avec le logiciel NOESIS ainsi que via une procédure d'analyse développée sous MATLAB. Suite à l'absence dans la littérature des classifications préétablies pour notre type de composite, on a eu recours à une classification non supervisée qui est la méthode des k-moyennes. Elle vise à séparer un ensemble de données en un nombre optimal de k classes. C'est une méthode itérative de partition des données par minimisation de la variance intra-groupe, c'est-à-dire minimiser la somme des carrés des distances entre tous les éléments d'une classe et son centre. Chaque signal est représenté par un vecteur  $X$  constitué de  $m$

paramètres descripteurs  $(x_1, \dots, x_m)$ . A la fin de la classification, on obtient des classes notées  $C_k$  dont chacune contient un ensemble de  $n$  signaux d'EA ayant des caractéristiques proches. Les étapes de l'algorithme des  $k$ -moyennes sont :

1. Choix du nombre  $k$  de classes.
2. Initialisation des centres des  $k$  classes pour chaque classe  $C_k$  de manière aléatoire ou en les définissant manuellement.
3. Calcul de la distance qui sépare chaque vecteur  $X$  (signal d'EA) aux centres des  $k$  classes.
4. Affectation des vecteurs d'entrée  $X$  à l'une des  $k$  classes en cherchant le minimum de la distance euclidienne entre le vecteur  $X$  et les centres des  $k$  classes.
5. Évaluation des nouveaux centres des  $k$  classes. A la fin de cette étape d'itération, tous les signaux d'EA sont affectés à une classe.
6. Si les centres des classes sont stables, alors l'algorithme a convergé et la procédure est terminée. Sinon, les opérations de 3 à 5 sont répétées.

Le nombre de classes est optimisé en prenant la valeur minimale du coefficient de Davies et Bouldin  $R_{DB}$  défini comme suit [136] :

$$R_{DB} = \frac{1}{k} \sum_{i,j=1}^k \max\left(\frac{d_i + d_j}{d_{ij}}\right) \quad (3.27)$$

où  $k$ ,  $d_i$ ,  $d_j$  et  $d_{ij}$  sont respectivement, le nombre de classes, la distance moyenne dans la classe  $i$ , la distance moyenne dans la classe  $j$  et la distance moyenne entre les classes  $i$  et  $j$  et ceci par balayage d'un nombre de classes, variant de 2 à 7. On obtient la valeur du nombre de classes en se basant sur la plus faible valeur du coefficient de Davies et Bouldin  $R_{DB}$ .

A l'issue des essais et en se référant à la littérature [115][116][117] pour obtenir une classification cohérente cinq classificateurs temporels principaux ont été retenus pour le traitement :

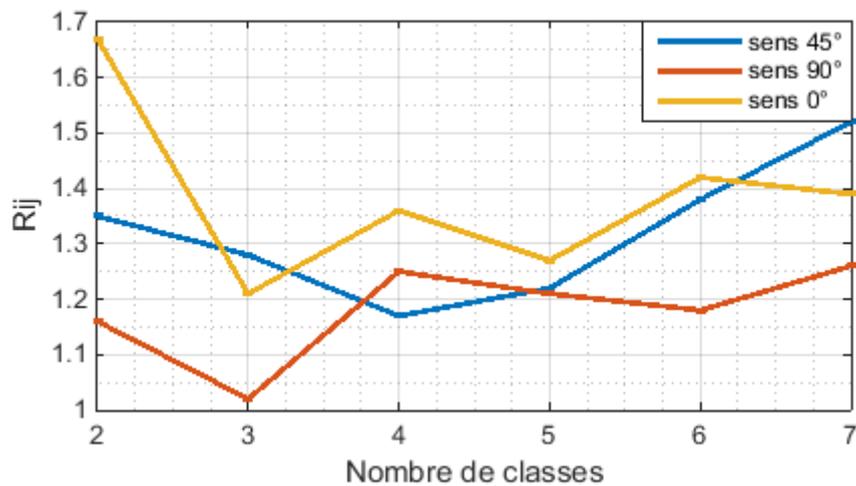
- l'amplitude,
- le temps de montée,
- la durée,
- l'énergie du signal,
- le nombre de coups au pic.

On a eu recours à une normalisation des données afin d'éviter qu'un descripteur ne prenne plus d'importance que les autres en raison de ses valeurs plus élevées et dans le but de pouvoir comparer les grandeurs malgré les différences d'unités. Une fois les données normalisées, on a appliqué l'algorithme des k-moyennes à l'ensemble de données enregistrées pour chaque échantillon. Une segmentation initiale aléatoire ainsi qu'une distance euclidienne ont été choisies. L'algorithme a ensuite été appliqué plusieurs fois par séquences de 1000 itérations, en faisant varier le nombre de classe de 2 à 7. A chaque étape, le coefficient de Davies et Bouldin a été calculé afin de trouver le nombre optimal de classes.

#### **4.2. Résultats de la classification**

On peut définir l'endommagement d'un matériau comme le processus irréversible de modification ou de changement de la microstructure. Ainsi, 3 différents types d'éprouvettes ont été testés dans le but d'analyser l'influence de l'orientation des fils du sens chaîne sur la cinétique d'endommagement. Comme expliqué précédemment, les composites élaborés sont des stratifiés composés de 8 plis de tissu toile en fils de lin dont le comportement des fils de sens chaîne, désigné par la couleur marron, diffère de celui de sens trame de couleur blanche. Le sens  $0^\circ$  correspond au celui des fibres du sens chaîne, tandis que le sens  $90^\circ$  correspond aux fibres du sens trame. Les éprouvettes dont les fibres sont à  $45^\circ$  par rapport à l'axe de sollicitation ont été testées également pour mettre en évidence les processus de dégradation qui leur sont spécifiques.

Le but global consiste à analyser les événements détectés par émission acoustique (EA), identifier les signatures acoustiques de chaque mécanisme d'endommagement intervenant dans les matériaux, dresser un ordre d'apparition de ces phénomènes et suivre l'évolution des différents types d'endommagement au cours des essais afin d'identifier les mécanismes les plus critiques conduisant à la rupture du matériau. Les mécanismes sources d'endommagement conduisent à des formes d'ondes différentes pour les signaux acoustiques. A l'issue de la classification décrite dans le paragraphe précédent, les données d'émission acoustique ont été segmentées en 3 ou 4 classes suivant le type d'éprouvette testé (Figure 56), on va exposer les résultats en analysant ces classes dans le plan amplitude/temps et en suivant le nombre de coups cumulés propre à chaque classe en fonction du temps, ce qui permet d'étudier la chronologie et l'évolution des différentes classes. Notamment, les données d'EA sont projetées dans le plan porté par les deux composantes principales de plus fort poids afin de mettre en évidence une éventuelle séparation ou chevauchement des classes identifiées, cette projection permet de réduire l'espace des données étudiées à un plan tout en permettant de conserver au maximum la variance [137].



**Figure 56.** Recherche du nombre de classes minimisant le coefficient de  $R_{DB}$  (D&B)

#### 4.2.1. Analyse des composites orientés à $0^\circ$

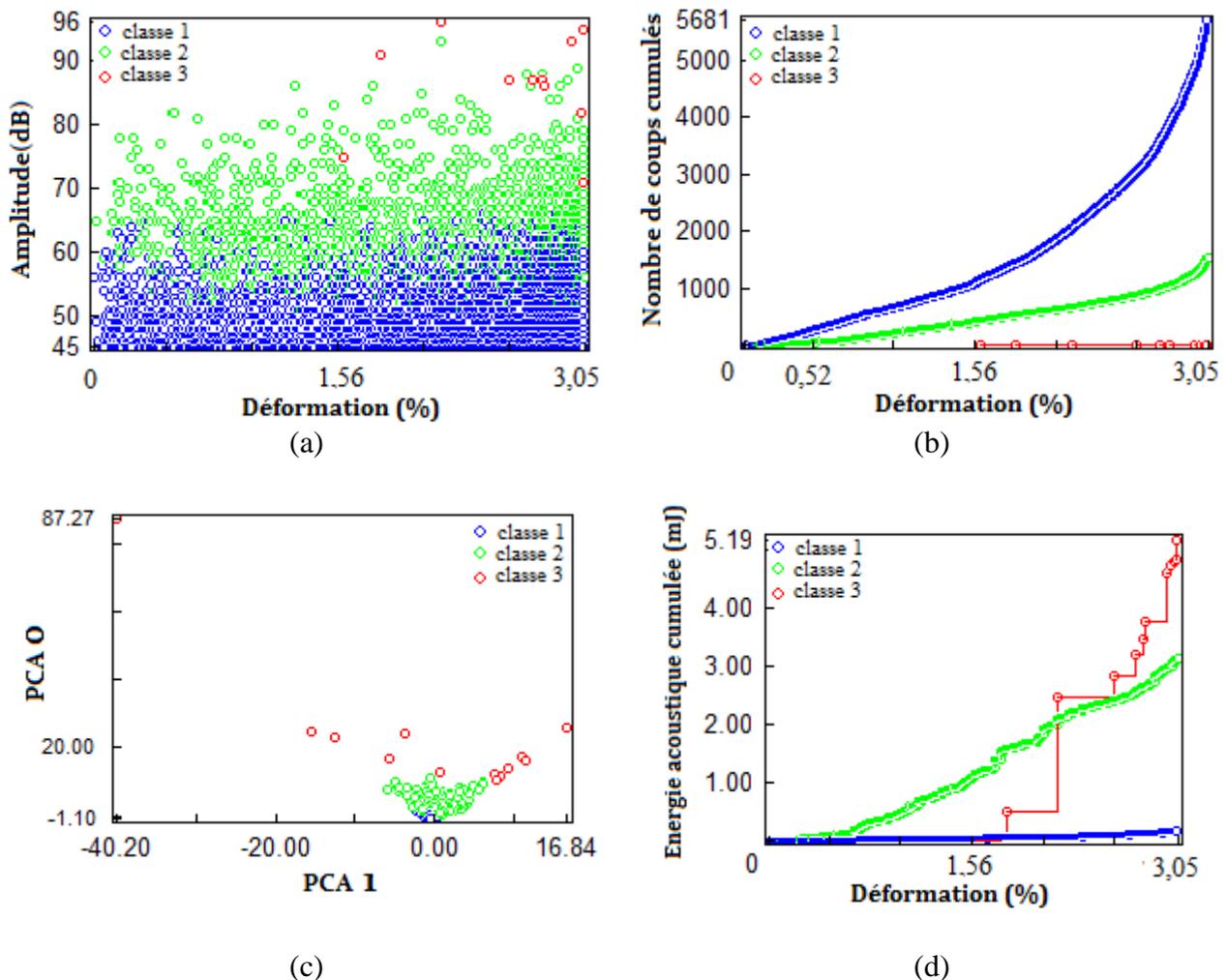
D'après les calculs du coefficient de Davies et Bouldin établi précédemment, on obtient une segmentation optimale pour  $k=3$  pour les essais de traction des composites orientés à  $0^\circ$  (Figure 56). Ce matériau présente donc 3 classes principales d'endommagement. La Figure 57 donne les résultats de cette classification. Elle présente les distributions de l'amplitude en fonction du temps (a), la chronologie d'apparition des classes (b), l'analyse en composantes principales (c) et l'évolution de l'activité acoustique de différentes classes (d).

La Figure 57(a) montre les plages d'amplitude correspondante à chacune des classes. On constate un chevauchement entre les classes 1 et 2, ce chevauchement est encore plus important entre les classes 2 et 3 avec une prépondérance pour la classe 2 en terme de nombre de coups enregistrés. Cette partition des classes en domaine d'amplitude va nous aider par la suite à attribuer chaque classe à un mode d'endommagement et ceci en se référant aux données de la littérature.

La Figure 57(b) suit la cadence d'apparition des signaux de différentes classes. Ainsi, les classes notées 1 et 2 apparaissent simultanément dès les premiers instants de l'essai et évoluent d'une manière progressive avec une prépondérance toutefois pour la classe 1, jusqu'à environ la moitié de l'essai ( $\sim 1,56\%$  de déformation) où le nombre de signaux de la classe 1 connaît une accélération importante et où les premiers signaux appartenant à la classe 3 sont détectés avec une évolution toutefois assez faible durant l'essai.

L'analyse en composantes principales (ACP) a permis la visualisation des résultats de la classification dans un espace à deux dimensions. La projection des vecteurs formes composés des descripteurs dans

cet espace montre que les trois classes d'endommagement pressenties sont bien identifiées et que les zones frontières existent bien entre les différentes classes (Figure 57(c)).



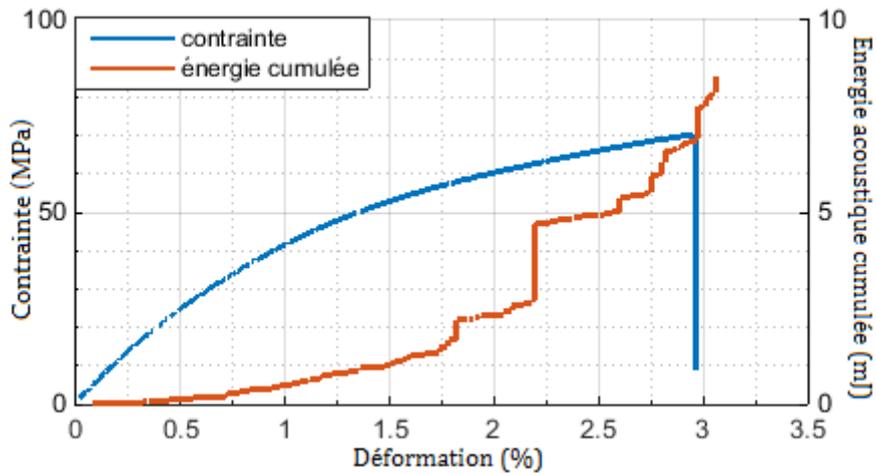
**Figure 57.** Analyse des données d'émission acoustique des éprouvettes à 0°. (a) représentation des évènements en amplitude/déformation, (b) chronologie d'apparition et évolution des classes, (c) analyse en composantes principales, (d) énergie acoustique cumulée des différentes classes

La Figure 57(d) met en évidence l'évolution et la progression de l'activité acoustique des différentes classes et sert à détecter les grands événements et identifier les classes les plus énergétiques. Ainsi, on remarque que malgré un nombre de coups assez faible, la classe 3 comporte les signaux les plus énergétiques et une accélération importante du mécanisme qui lui est associé provoque la rupture totale de l'éprouvette.

La montre simultanément l'évolution globale de l'énergie acoustique cumulée et de la contrainte en fonction du temps et sert à faire correspondre les évènements avec les phases de déformation. Ainsi, la première moitié de l'essai comporte une évolution progressive de l'énergie acoustique libérée,

confirmant l'hypothèse de l'apparition des petits événements tandis que la deuxième moitié de l'essai comporte des sauts dans la courbe, témoignant de la présence de grands événements.

Le Tableau 11 montre la répartition des signaux et de leurs paramètres principaux suivant les classes et nous permet d'en déduire que certaines classes sont majoritaires par rapport à d'autres et par la suite de mieux établir le processus d'endommagement.



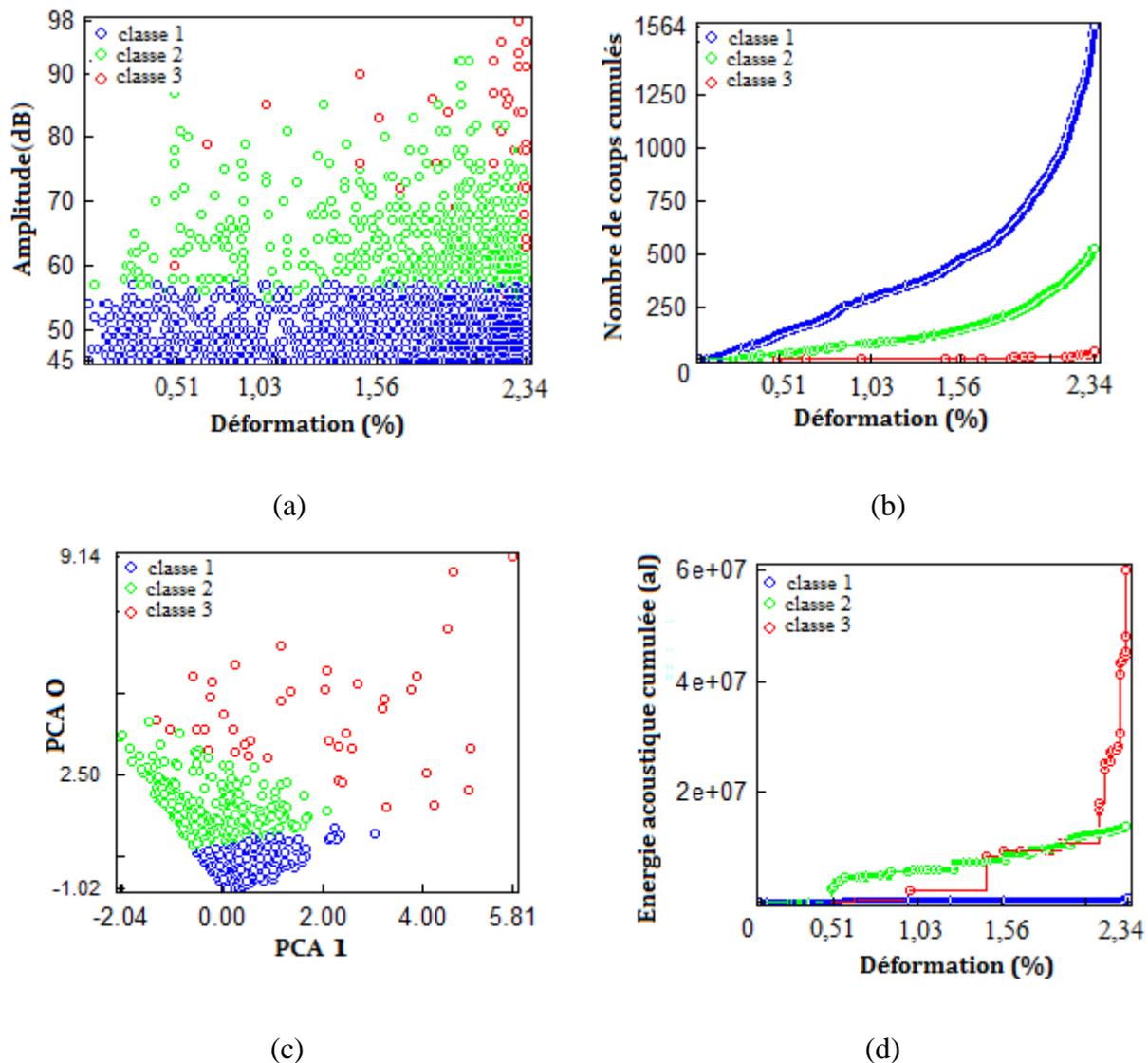
**Figure 58.** Évolution simultanée de la contrainte et de l'énergie acoustique cumulée des éprouvettes à 0°

	Classe 1	Classe 2	Classe 3
Amplitude (dB)	[45 - 65]	[50 - 93]	[70 - 96]
Nombre de coups cumulés (%)	78,44	21,37	0,17
Taux d'énergie acoustique (%)	2,15	36,96	60,87

**Tableau 11.** Distribution des paramètres des signaux des éprouvettes à 0° suivant les classes

#### 4.2.2. Analyse des composites orientés à 90°

D'une manière similaire à ce qui précède, et d'après le calcul de coefficient de Davies et Bouldin, on en conclut que le nombre de classes optimal est égal à 3 (Figure 56). Les analyses des différents signaux et salves acoustiques enregistrés au cours de l'essai nous ont permis de tracer l'évolution des principaux paramètres acoustiques en fonction du temps (Figure 59). Cependant, la Figure 59(a) montre bien que les classes 1 et 2 sont bien distinctes avec des plages d'amplitudes propres à chacune des classes tandis qu'un chevauchement important des valeurs est observé entre les classes 2 et 3. Les signaux de plus forte amplitude apparaissent tardivement, vers la fin de l'essai ; ils sont donc liés à un phénomène source de la rupture définitive de l'éprouvette que l'on va identifier plus tard.



**Figure 59.** Analyse des données d'émission acoustique des éprouvettes à 90°. (a) représentation des évènements en amplitude/déformation, (b) chronologie d'apparition et évolution des classes, (c) analyse en composantes principales, (d) énergie acoustique cumulée des différentes classes.

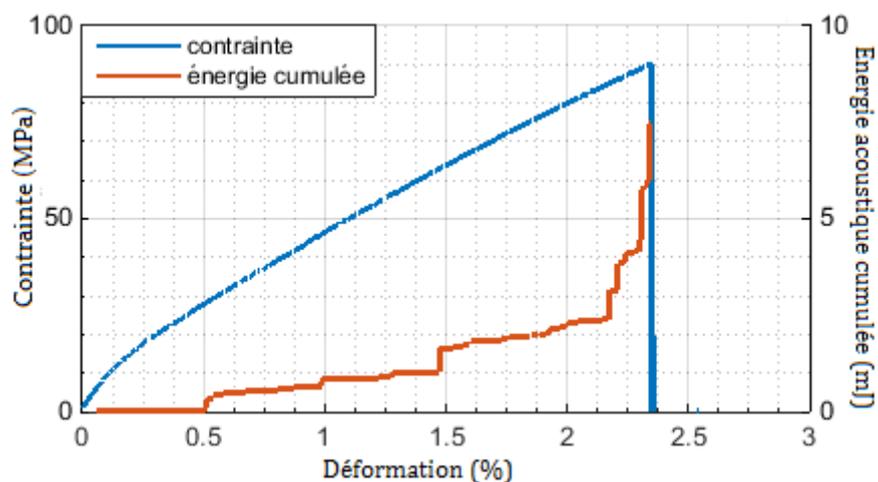
Concernant la chronologie d'apparition des classes, la Figure 59 (b) indique que les 2 premières classes commencent simultanément dès le début de l'essai. Les signaux acoustiques correspondants à la classe 1 deviennent importants et prépondérants assez rapidement tandis que le nombre de salves acoustiques appartenant à la classe 2 demeure assez faible jusqu'à environ 1,56% de déformation où il commence à augmenter considérablement et l'endommagement correspondant commence à prendre place et à se manifester au sein du matériau. Quant aux signaux de la classe 3, ils commencent à être détectés vers 0,51% de déformation avec une cadence d'apparition qui reste toutefois assez

faible. On remarque notamment que la première classe est majoritaire en nombre de coups enregistrés tandis que la classe 3 est très minoritaire par rapport aux autres classes.

Également, l'analyse en composantes principales ACP (Figure 59 (c)) a permis de bien évaluer et valider la segmentation des données en 3 classes.

La Figure 59 (d) montre l'évolution de l'activité acoustique de différentes classes. Ainsi, on remarque que la classe 3, qui survient un peu plus tard après les classes 1 et 2, est très énergétique. On peut en conclure qu'il s'agit d'un mode d'endommagement de forte intensité qui a accéléré la dégradation du matériau et fini par provoquer la rupture de l'échantillon tandis que les 2 premières classes sont très peu énergétiques. La répartition des différents paramètres des classes identifiées a été illustrée dans le Tableau 12.

Pour conclure, l'évolution de l'énergie acoustique cumulée corrélée avec la courbe contrainte-temps est présentée dans la Figure 60. Ainsi, l'énergie acoustique émise est quasi nulle jusqu'à 0,5% de déformation. Par la suite, elle commence à se manifester en présentant une alternance entre une évolution progressive et des sauts indiquant l'amorçage des phénomènes de dégradation.



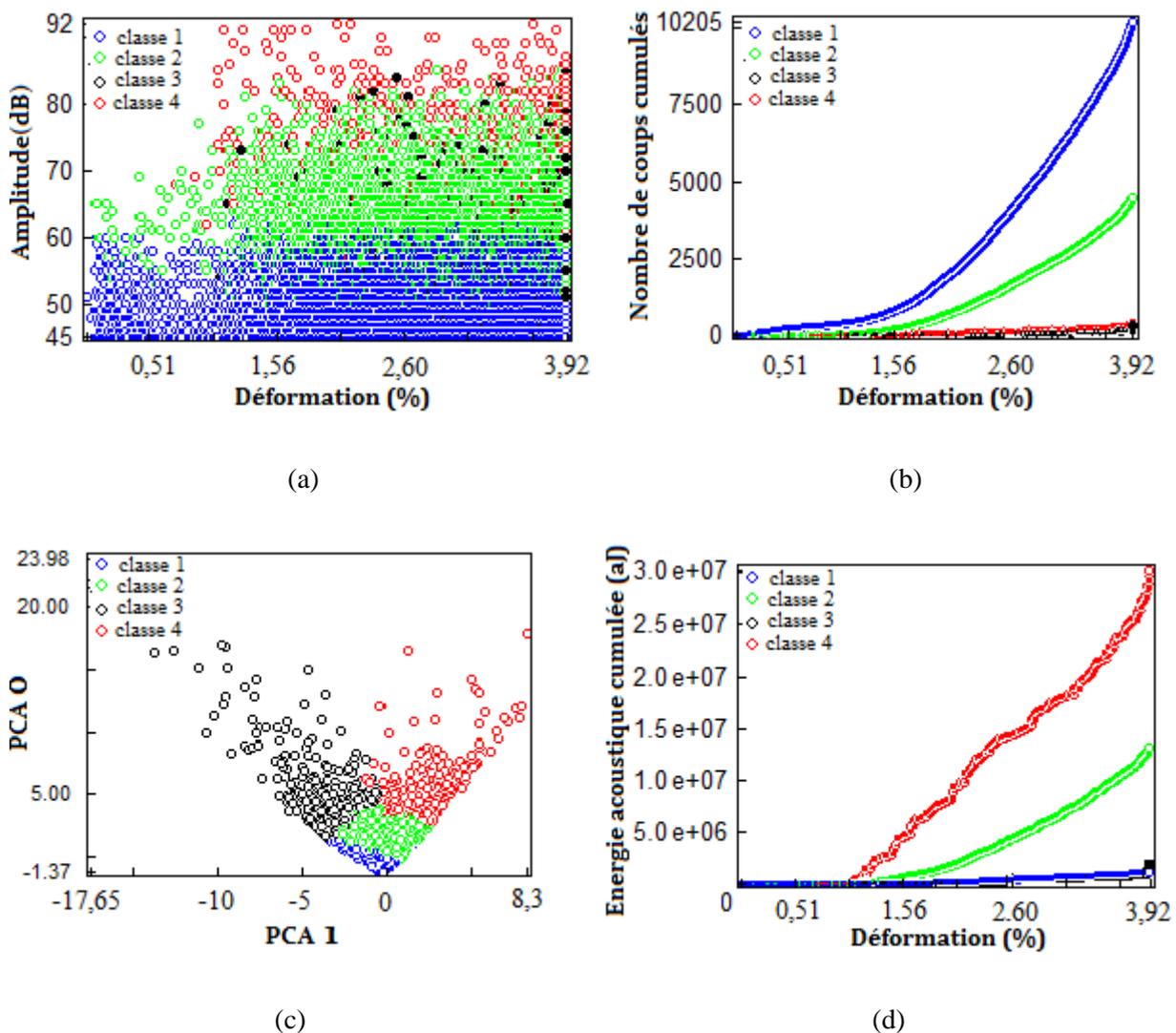
**Figure 60.** Évolution simultanée de la contrainte et de l'énergie acoustique cumulée des éprouvettes à 90°

	Classe 1	Classe 2	Classe 3
Amplitude (dB)	[45 - 57]	[55 - 92]	[57 - 98]
Nombre de coups cumulés (%)	73,42	24,74	1,88
Taux d'énergie acoustique (%)	1,03	18,38	80,58

**Tableau 12.** Distribution des paramètres des signaux des éprouvettes à 90° suivant les classes

### 4.2.3. Analyse des composites orientés à 45°

D'après le calcul itératif du coefficient de Davies et Bouldin  $R_{DB}$ , le nombre de classes optimal est fixé à 4 pour le cas des éprouvettes orientées à 45°. Comme pour les deux cas précédents, une analyse des signaux acoustiques enregistrés au cours de l'essai a permis d'en tirer à priori plusieurs résultats préliminaires.

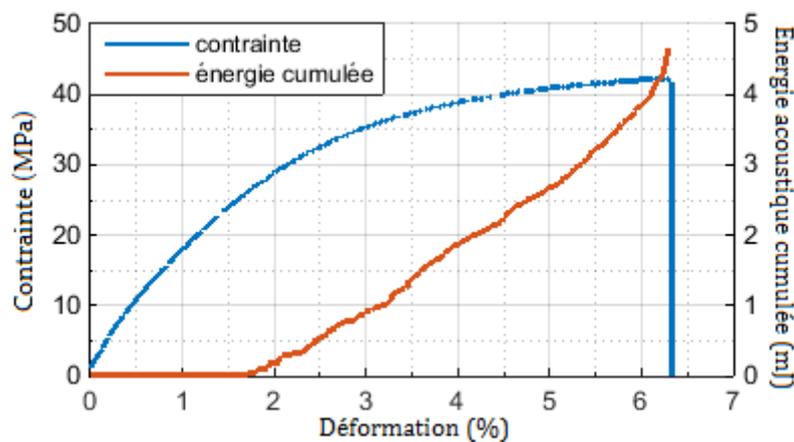


**Figure 61.** Analyse des données d'émission acoustique des éprouvettes à 45°. (a) représentation des évènements en amplitude/déformation, (b) chronologie d'apparition et évolution des classes, (c) analyse en composantes principales, (d) énergie acoustique cumulée des différentes classes

Cependant, l'évolution de l'amplitude en fonction du temps (Figure 61(a)) montre que les événements de la classe 1 sont détectés durant tout le chargement et que leurs amplitudes sont comprises entre 45 (seuil de détection fixé avant l'essai) et 65 dB, tandis que les signaux de la classe 2 et 3 partagent

quasiment la même plage d'amplitude qui est majoritairement comprise entre 50 et 85 dB. La répartition des signaux montre également que la densité d'évènements n'est pas uniforme pour les 3 classes. Finalement, la classe 4 présente la plage d'amplitude la plus élevée avec des valeurs allant jusqu'à 92 dB.

D'autre part, la Figure 61(b) met en évidence le nombre de coups cumulés en fonction du temps et permet d'établir une chronologie d'apparition des différents mécanismes ; ainsi, on commence à enregistrer les signaux correspondants aux classes 1 et 2 dès le début de l'essai et leurs deux courbes évoluent de la même manière avec toutefois une activité acoustique assez faible pour ces deux classes jusqu'à environ 1,56% de déformation (40% du durée de l'essai) où l'émission des signaux devient plus importante et augmente assez rapidement. Néanmoins, le nombre de coups appartenant à la classe 1 est prépondérant devant celui de la classe 2. Quant aux signaux de la classe 3 et 4, ils sont détectés vers 1% de déformation et évoluent très peu au cours du temps, ils sont ainsi très minoritaires en terme de quantité. L'analyse de la composante principale confirme la discrimination des données en 4 classes distinctes (Figure 61(c)).



**Figure 62.** Évolution simultanée de la contrainte et de l'énergie acoustique cumulée des éprouvettes à 45°.

Ensuite, la progression de l'énergie acoustique cumulée de différentes classes en fonction du temps montre que les signaux de la classe 1 sont peu énergétiques, représentant 2,66% de l'énergie cumulée totale (Tableau 13) malgré qu'ils soient dominants en termes de quantité (66,1% du nombre de coups totaux) ; tandis que les signaux de la classe 2 sont plus énergétiques tenant à eux seuls 28,15% de l'énergie totale émise contre 4,06% pour la classe 3. Finalement, la classe 4 reste toujours majoritairement la plus intense avec 65,07% d'énergie totale émise.

Enfin, l'évolution de l'énergie acoustique cumulée est corrélée avec la courbe contrainte-temps (Figure 62). Au début de l'essai, l'activité acoustique émise est quasi-nulle indiquant que le matériau est en train d'emmagasiner de l'énergie sans subir d'endommagement. Puis, une augmentation progressive de l'énergie est observée vers 1,8% de déformation ( $\sim 27\%$  de la durée de l'essai) indiquant le début de création des mécanismes d'endommagement, l'intensité énergétique des signaux émis continue ensuite à augmenter progressivement jusqu'à la rupture.

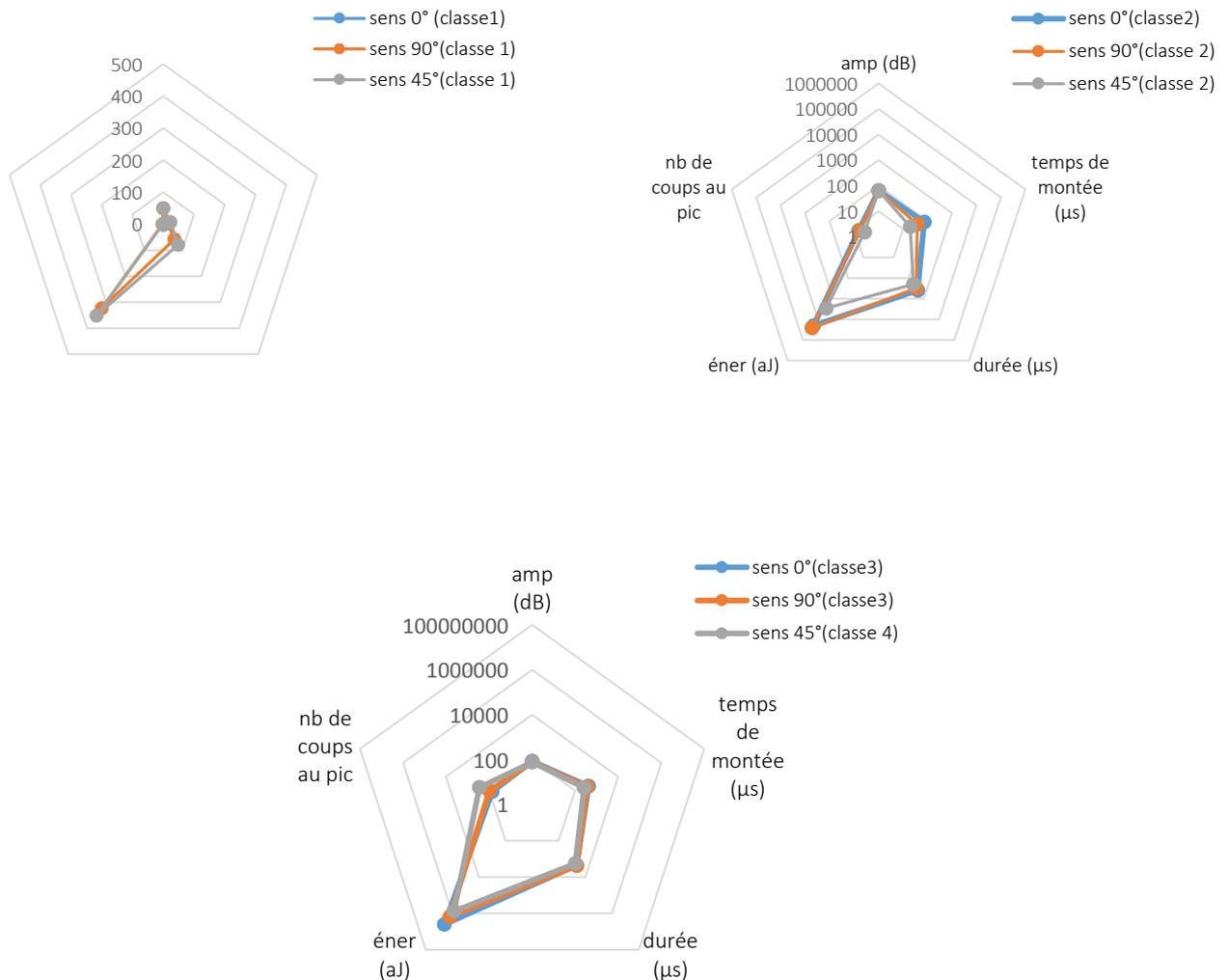
	Classe 1	Classe 2	Classe 3	Classe 4
Amplitude (dB)	[45 - 65]	[45 - 85]	[50 - 85]	[60 - 92]
Nombre de coups cumulés (%)	66,1	29,22	2,04	2,61
Taux d'énergie acoustique (%)	2,66	28,15	4,09	65,07

*Tableau 13.* Distribution des paramètres des signaux des éprouvettes à 45° suivant les classes

#### 4.2.4. Comparaison et analyse des 3 configurations

Les activités acoustiques apparaissent dès le début de l'essai dans les 3 types de stratifiés et évoluent progressivement au cours de l'essai avec une accélération très importante vers la fin de l'essai. Cependant cette activité est beaucoup plus élevée pour les éprouvettes à 45° avec un nombre de salves enregistrées autour de  $15 \cdot 10^3$  tandis que les éprouvettes à 0° comptent à peu près la moitié des signaux ( $\sim 7,3 \cdot 10^3$ ) mais également avec un temps d'essai de 60% de moins par rapport aux éprouvettes à 45°. Enfin, ce sont les éprouvettes à 90° qui ont enregistrées le nombre de signaux le plus bas, environ  $2 \cdot 10^3$ . On remarque que pour les sollicitations avec cisaillement (sens 45°), les dégradations apparaissent à des niveaux de chargement très faibles, s'étendent progressivement, et peuvent croître pendant très longtemps sans forcément entraîner la ruine du stratifié.

Concernant l'évolution de l'énergie acoustique libérée au cours de l'essai pour les 3 configurations les courbes tracées commencent par une droite nulle indiquant que le matériau n'émet pas encore de signaux acoustiques puis une apparition et une évolution de l'énergie libérée. Si toutefois, la courbe de l'énergie libérée correspondante au sens 45° présente une évolution progressive au cours du temps indiquant un amorçage progressif des endommagements et une rupture moins brutale, les deux autres courbes présentent des sauts à différents niveaux de chargement, indiquant l'apparition de grands événements de forte intensité acoustique.



**Figure 63.** Caractéristiques moyennes de différentes classes obtenues pour l'essai de traction

### 4.3. Synthèse et proposition d'attribution aux mécanismes d'endommagement

Les caractéristiques moyennes des différentes classes de signaux obtenues ont été comparées pour les trois catégories d'éprouvettes testées et pour les cinq descripteurs choisis. Les résultats sont exposés sur la Figure 63. Une représentation en "toile d'araignée" [137] a été choisie afin de pouvoir identifier rapidement les signatures acoustiques des différentes classes et ceci en comparant les formes obtenues. On remarque que certaines signatures acoustiques sont assez semblables d'un type d'éprouvette à un autre. On peut ainsi supposer qu'une classe obtenue dans une configuration donnée correspond à la même classe obtenue dans une autre. Ce point est très important pour pouvoir attribuer des mécanismes d'endommagement aux classes d'évènements. Toutefois, si les signatures des classes 1 et 2 sont assez similaires pour les trois types d'éprouvette, celle de la classe 3 pour la configuration 45° apparaît différente par rapport à celle des éprouvettes à 0° et 90°. Le temps de montée ainsi que

la durée des signaux sont les principaux éléments séparateurs. D'autre part, la dernière classe identifiée pour les 3 configurations, soit la 3ème pour les éprouvettes à 0° et 90° et la 4ème pour les éprouvettes à 45° sont considérées comme étant représentatives du même mécanisme d'endommagement malgré une certaine dispersion dans les ordres de grandeur de l'énergie des signaux, une explication sera plus détaillée dans le paragraphe suivant. En synthétisant les différents travaux effectués précédemment, il est possible de proposer une attribution de mécanismes d'endommagement aux différentes classes d'émission acoustique obtenues, le tout accompagné des observations microscopiques réalisées sous un MEB afin de valider les résultats et de bien distinguer les différents mécanismes. Ainsi, quelle que soit la configuration d'éprouvette, les classes 1 et 2 apparaissent dès le début de chargement et leurs signaux sont détectés durant tout l'essai avec toutefois une prépondérance en nombre de coups pour la classe 1. La signature acoustique de la classe 1 est caractérisée par une durée des salves assez courte, une faible amplitude, généralement entre 45 dB et 65 dB et une énergie relativement basse. Ces informations permettent, en se référant aux données de la littérature d'attribuer le mécanisme de fissuration matricielle à la classe 1. Ce phénomène a été observé également par microscopie électronique (0) et il est prépondérant en terme de nombre d'évènements enregistrés et détectés tout au long de l'essai. Cette prépondérance s'explique en partie par le taux de porosité élevée qui est aux alentours de 23%. En fait, les cavités à l'intérieur du matériau présentent des zones de fortes concentrations de contrainte et une source de propagation des fissures. Ces fissures nécessitent peu d'énergie pour se propager en raison des fortes concentrations de contraintes en front de fissure, justifiant ainsi la faible intensité de leurs signaux. D'autre part, ce mécanisme cohabite avec un autre qui en résulte et qui est le frottement matrice-matrice. Donc, on peut admettre que la classe 1 représente la fissuration matricielle ainsi que le frottement matrice-matrice en même temps.

Ensuite, la classe 2 présente des propriétés plus importantes pour la durée et l'énergie libérée des signaux. Compte tenu des corrélations établies par la littérature entre l'amplitude et la durée du signal concluant que les sources acoustiques caractérisées par une longue durée et une amplitude intermédiaire sont à associer au délaminage, on peut admettre que la classe 2 correspond à ce mécanisme et il a été également observé entre les plis du stratifié par microscopie électronique (0). Le faible compactage des plis lors de la mise en œuvre des plaques génère une faible adhésion entre les plis et contribue en partie à l'apparition de ce phénomène. Etant donné que l'orientation 45° favorise les endommagements interfaciaux, on constate bien que le nombre de signaux associé à ce mécanisme est beaucoup plus important par rapport aux deux autres sens indiquant une cadence d'apparition plus intense.

La classe 3 identifiée chez la configuration à  $45^\circ$  montre des propriétés non semblables avec les autres classes du sens  $0^\circ$  et  $90^\circ$ , ce qui nous amène à la distinguer et l'attribuer à un mécanisme singulier. Les observations microscopiques montrent l'existence d'endommagements entre les fibres qui constituent les fils sur les faciès de rupture (Figure 54) indiquant des fissurations et des écorces des fils techniques. on observe également des décohésions inter-fils à l'intersection d'un fil de chaîne et d'un fil de trame. On peut admettre, toutefois avec prudence, que la classe 3 du sens  $45^\circ$  correspond à l'endommagement des fibres qui constituent le fil.

Enfin, la dernière classe observée pour toutes les configurations, la classe 3 des éprouvettes à  $0^\circ$  et  $90^\circ$  et la classe 4 des éprouvettes à  $45^\circ$ , correspond au mécanisme critique qui a provoqué la rupture des éprouvettes, soit la rupture des fils. Les événements qui lui correspondent sont de grandes amplitudes dépassant les 90 dB et l'énergie moyenne qui leur est associée est assez élevée. Pour les éprouvettes à  $0^\circ$  et  $90^\circ$ , plusieurs sauts d'énergie émis ont été enregistrés (Figure 57 (d), Figure 59 (d)), on peut cependant faire l'hypothèse que la rupture des fils a été instantanée et brève, laissant sous-entendre que les fils se cassent en un seul coup. En fait, le scénario adopté pour ces deux configurations est le suivant ; un saut observé dans la courbe correspond à une rupture d'un paquet de fil et la succession de ces sauts, soit la rupture de plusieurs paquets l'un après l'autre, finit par entraîner la rupture définitive du matériau. On remarque toutefois que cette énergie est du même ordre de grandeur pour les deux sens  $0^\circ$  et  $90^\circ$  tandis qu'elle est moins intense pour les sens  $45^\circ$ . Ceci peut être expliqué par l'existence de la 3<sup>ème</sup> classe associée à l'endommagement des fibres au sein des fils qui anticipe la rupture des fils et qui rend l'évolution de ce mécanisme plus progressive. Le scénario du processus de la rupture entière des fils se décompose en fait en 2 classes, la 3<sup>ème</sup> classe représente l'amorçage de la rupture et la classe 4 représente sa propagation. Toutefois, la rupture des fils peut inclure d'autres phénomènes à part ceux dont on a fait l'inventaire, essentiellement ceux à l'échelle de fibres telles que les séparations longitudinales des fibres unitaires ou bien le frottement fibre-fibre. Ces phénomènes sont difficiles à identifier et à isoler, le seuil de détection des signaux fixée à 45 dB peut également masquer certains phénomènes tels que la fissuration des fibres du lin et autres.

## 5. Conclusion

L'analyse des propriétés mécanique et l'identification des endommagements qui en résultent ont permis de mettre en évidence que le comportement mécanique des éprouvettes à  $0^\circ$  et  $90^\circ$  est assez semblable. En fait, la distinction des deux sens a été basée sur des différences dans les propriétés mécaniques (module de Young, contrainte à la rupture) des fils des deux sens (chaîne et trame) ainsi que sur un entrelacement plus important dans un sens que dans l'autre. Cependant, ces différences ne

semblent pas influencer énormément leur comportement qui est assez similaire. Un écart plus au moins important entre valeurs expérimentales et théoriques a été établi. La porosité assez importante trouvée dans ce type de matériaux est le principal facteur à l'origine de cet écart. Le suivi de l'endommagement par émission acoustique et les observations mécaniques ont révélé des mécanismes d'endommagement similaires entre sens  $0^\circ$  et  $90^\circ$  tandis que le sens  $45^\circ$  présente un comportement différent, que ce soit dans le nombre de classes identifiées ou bien dans la sévérité de certaines classes par rapport à d'autres.

# **Chapitre 4. Comportement des composites stratifiées à renfort du lin sous flambement**

Le flambement est un phénomène d'instabilité que subissent les structures élancées suite à un effort normal de compression. Ces structures se déforment en fléchissant dans une direction perpendiculaire à l'axe de sollicitation (transit d'un état de compression à un état de flexion). Ce comportement dépend énormément des conditions expérimentales (montage et liaisons) et il se produit généralement suivant l'axe ayant l'inertie la plus faible.

Des essais de flexion par flambement ont été réalisés suivant différentes orientations sur les composites époxy/lin. Le principe est de solliciter des éprouvettes rectilignes, de largeur  $b$  et d'épaisseur  $e$ , en compression axiale par application d'un effort jusqu'à obtenir un déplacement transverse. En comparant à l'essai de flexion trois ou quatre points, cet essai présente l'avantage de ne pas entraîner de contact dans la zone déformée et donc de s'affranchir des dégradations parasites qui peuvent découler des concentrations de contrainte dans ces zones fortement sollicitées. Comme pour les essais de traction, il s'agit des composites stratifiés composés d'une matrice époxy et de 8 plis de tissu toile de lin. Egalement, 3 orientations ont été testées :  $0^\circ$ ,  $90^\circ$  et  $45^\circ$ , on rappelle que l'angle d'orientation est celui entre l'axe de sollicitation et les fils de la direction chaîne. Les échantillons testés en flambement ont été dimensionnés de telle sorte que les déformations dues au cisaillement interlaminaire soient minimisées (rapport épaisseur/longueur assez faible). Des essais antérieurs [139] ont été déjà réalisés sur plusieurs types de matériau afin d'estimer le rapport  $l/h$  qui permet de négliger le cisaillement, il a été trouvé que ce ratio doit être  $\frac{l}{h} > 20$  pour les composites unidirectionnels verre/époxy et  $\frac{l}{h} > 11,5$  pour les composites tissés (taffetas de verre E). Pour notre cas, le rapport  $\frac{l}{h} = \frac{150}{3,8} \approx 40$  permet de négliger le cisaillement.

## 1. Etude analytique du phénomène de flambement

### 1.1. Présentation du problème

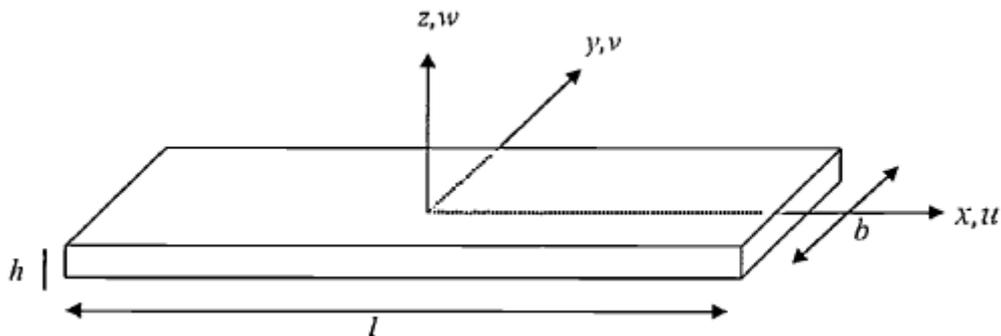


Figure 64. Élément de poutre

On considère le vecteur de déformation de la membrane défini par  $\begin{Bmatrix} \varepsilon_x^0 \\ \varepsilon_y^0 \\ \gamma_{xy}^0 \end{Bmatrix}$  et  $\begin{Bmatrix} \chi_x \\ \chi_y \\ \chi_{xy} \end{Bmatrix}$  le vecteur des courbures suivant les différentes directions de l'éprouvette. D'après la théorie des poutres stratifiées orthotropes [138], les déformations de membrane et des courbures sont exprimées en fonction des résultantes d'efforts et moments par le système suivant :

$$\begin{Bmatrix} \varepsilon_x^0 \\ \varepsilon_y^0 \\ \gamma_{xy}^0 \\ \chi_x \\ \chi_y \\ \chi_{xy} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} A_{ij}^* \\ B_{ij}^{*t} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} N_x \\ N_y \\ N_{xy} \\ M_x \\ M_y \\ M_{xy} \end{Bmatrix}$$

L'expression de  $A^*$ ,  $B^*$  et  $D^*$ , matrices inverses de  $A$ ,  $B$  et  $D$  qui représentent les matrices de rigidité en membrane, de couplage membrane-flexion-torsion et de rigidité en flexion, est détaillée dans [138]. Selon la théorie des poutres, on fait l'hypothèse que  $N_y = N_{xy} = 0$  et  $M_y = M_{xy} = 0$  dans le cas d'une flexion suivant l'axe des  $x$ , d'où on en déduit le système d'équation réduit d'une plaque stratifiée qui relie les déformations en membranes et les courbures aux résultantes d'effort et les moments :

$$\begin{cases} \varepsilon_x^0 = A_{11}^* N_x + B_{11}^* M_x \\ \chi_x = B_{11}^{*t} N_x + D_{11}^* M_x \end{cases} \quad (4.1)$$

Ce qui nous mène à exprimer la loi de comportement élastique sous forme tensorielle :

$$\begin{Bmatrix} N \\ M \end{Bmatrix} = b \cdot \begin{Bmatrix} N_x \\ M_x \end{Bmatrix} = -b \cdot \begin{bmatrix} A' & B' \\ B' & D' \end{bmatrix} \cdot \begin{Bmatrix} \varepsilon_x^0 \\ \chi_x \end{Bmatrix} \quad (4.2)$$

En introduisant

$$A' = \frac{D_{11}^*}{A_{11}^* D_{11}^* - B_{11}^{*2}}, B' = \frac{-B_{11}^*}{A_{11}^* D_{11}^* - B_{11}^{*2}} \text{ et } A' = \frac{A_{11}^*}{A_{11}^* D_{11}^* - B_{11}^{*2}}$$

Comme convention de signe, on considère que l'effort exercé est positif dans le cas d'une compression.

## 1.2. Analyse d'Euler

On considère la poutre stratifiée de la Figure 64. D'après la loi de comportement établie précédemment, on exprime le moment  $M$  sous la forme suivante [140] :

$$M = -\frac{B_{11}^*}{D_{11}^*} \cdot N - \frac{b}{D_{11}^*} \cdot \chi_x \quad (4.3)$$

L'équilibre statique de la configuration déformée de la poutre permet d'établir :

$$\begin{cases} N = P \cdot \cos\theta \\ M = P \cdot w \end{cases} \quad (4.4)$$

On définit  $\theta$  comme étant l'angle entre l'axe des  $x$  (l'axe de l'éprouvette) et la tangente à la fibre moyenne de l'éprouvette déformée. D'après l'approximation des petites rotations, on peut estimer :

$$\begin{cases} N = P \cdot \cos\theta \approx P \\ \chi_x = \frac{d^2w}{dx^2} \end{cases} \quad (4.5)$$

Nous obtenons alors :

$$-\frac{B_{11}^*}{D_{11}^*} \cdot P - \frac{b}{D_{11}^*} \cdot \frac{d^2w}{dx^2} = P \cdot w \quad (4.6)$$

Ce qui nous amène à :

$$\frac{d^2w}{dx^2} + \frac{P}{b} D_{11}^* w = -\frac{P}{b} B_{11}^* \quad (4.7)$$

En intégrant l'expression (4.7), on obtient :

$$w = A \cdot \cos(kx) + B \sin(kx) + C \quad (4.8)$$

On définit ainsi les constante  $k$  et  $C$  par  $k^2 = \frac{P}{b} D_{11}^*$  et  $C = -\frac{B_{11}^*}{D_{11}^*}$ .

Les constantes  $A$  et  $B$  sont déduites à partir des valeurs aux limites (4.9) :

$$\begin{cases} w(0) = A - \frac{B_{11}^*}{D_{11}^*} = 0 \\ w(l) = A \cos(kl) + B \sin(kl) - \frac{B_{11}^*}{D_{11}^*} = 0 \end{cases} \quad (4.9)$$

D'après la première équation, on obtient :

$$A = -C = \frac{B_{11}^*}{D_{11}^*} \quad (4.10)$$

En remplaçant cette expression dans la deuxième équation, on aura :

$$B \sin(kl) = \frac{B_{11}^*}{D_{11}^*} (1 - \cos(kl)) \quad (4.11)$$

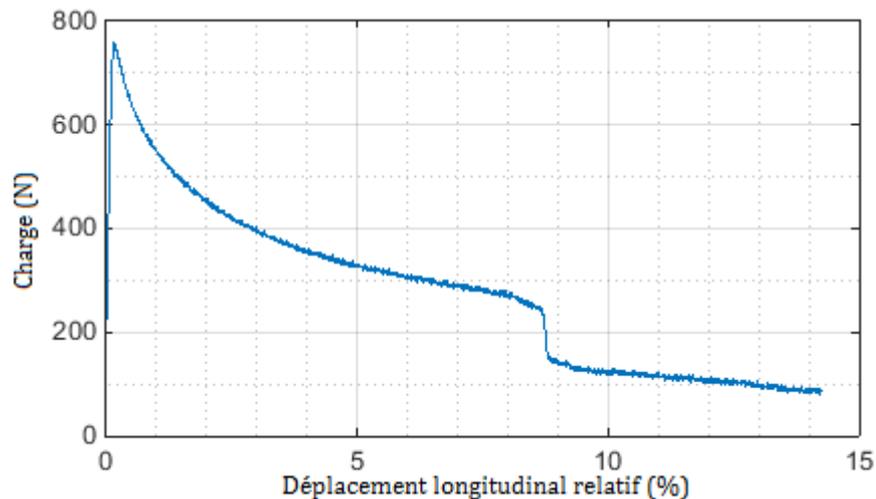
$\sin(kl) = 0$  signifie que  $kl = n\pi$ , d'où on établit l'expression de la charge critique pour  $n = 1$  :

$$P_{cr}^0 = \left(\frac{\pi}{l}\right)^2 \cdot \frac{b}{D_{11}^*} \quad (4.12)$$

## 2. Analyse des résultats expérimentaux

### 2.1. Cas des éprouvettes à 0°

L'essai de flambement réalisé sur 5 éprouvettes découpées suivant le sens 0° à partir d'une plaque a permis de tracer l'évolution de la charge en fonction du déplacement longitudinal relatif. Une courbe représentative de l'essai est illustrée par la Figure 65. On remarque que la charge critique est atteinte pour un déplacement longitudinal quasi-nul indiquant qu'il y a eu une phase de compression linéaire très brève. Une fois cette charge atteinte, une diminution continue de la charge post-critique est observée signalant le début d'amorçage des endommagements. D'après la littérature, cet endommagement commence à se manifester généralement par la fissuration matricielle et la décohésion fil/matrice au sein de la structure. Des chutes brutales et instantanées de charge sont observées plus tard (8,8% de déplacement relatif) indiquant l'apparition des phénomènes de dégradation majeure dans le matériau. La force critique de flambement a été déterminée expérimentalement et puis confrontée à un calcul de structure dans l'objectif d'estimer les erreurs et de faire l'inventaire des causes qui peuvent les générer.



*Figure 65.* Courbe charge-déplacement relatif correspondant aux éprouvettes à  $0^\circ$

## 2.2. Cas des éprouvettes à $90^\circ$

L'allure générale de la courbe charge-déplacement des éprouvettes à  $90^\circ$  est assez similaire à celles des éprouvettes à  $0^\circ$ . Une instabilité élastique est produite assez tôt, se manifestant par un fléchissement de la structure. On observe qu'une fois la charge critique dépassée, l'effort appliqué commence à diminuer d'une manière progressive en fonction du déplacement ; ce qui peut être expliqué principalement par le caractère d'endommagement précoce du renfort tissé (35% du taux de vide favorisant la création des porosités) qui prend place dès les premiers instants. En effet, l'analyse des éprouvettes pendant cet essai montre que l'endommagement s'amorce dans la matrice, une fois que la charge critique est atteinte, sous forme de fissures qui vont se propager en entraînant des endommagements au niveau de l'interface jusqu'à provoquer la rupture des plis extérieurs sollicités sous traction. Des chutes brutales et instantanées vers 4,2% de déplacement relatif ont été observées révélant l'apparition d'un mécanisme d'endommagement critique. Ces chutes apparaissent plus tôt par rapport à la configuration  $0^\circ$ . Ceci peut être expliqué par des écarts géométriques ainsi que des distributions des porosités localement variables qui peuvent anticiper ou pas l'apparition des endommagements majeurs. Les différences des propriétés des fils des deux sens (chaîne et trame) et de leur comportement ainsi que l'entrelacement de ces derniers peuvent également expliquer cette distinction.

## 2.3. Cas des éprouvettes à $45^\circ$

De la même manière que pour les deux cas précédents, la courbe de l'évolution de la charge en fonction du déplacement montre une augmentation assez rapide de la charge au début de l'essai accompagnée d'un déplacement quasi nul, ce qui montre que le flambement est atteint très vite sans passer par une vraie phase de compression linéaire. L'allure de la courbe est présentée dans la Figure

67. L'atténuation progressive de la charge à partir du pic de flambement indique le début d'amorçage des endommagements mineurs dans la structure, préparant et anticipant l'apparition des endommagements majeurs. Cependant, une tendance est constatée dans quasiment toutes les éprouvettes testées à  $45^\circ$ , c'est celle d'une chute instantanée de charge post-flambement signifiant une chute de rigidité due à une apparition brusque d'endommagement important.

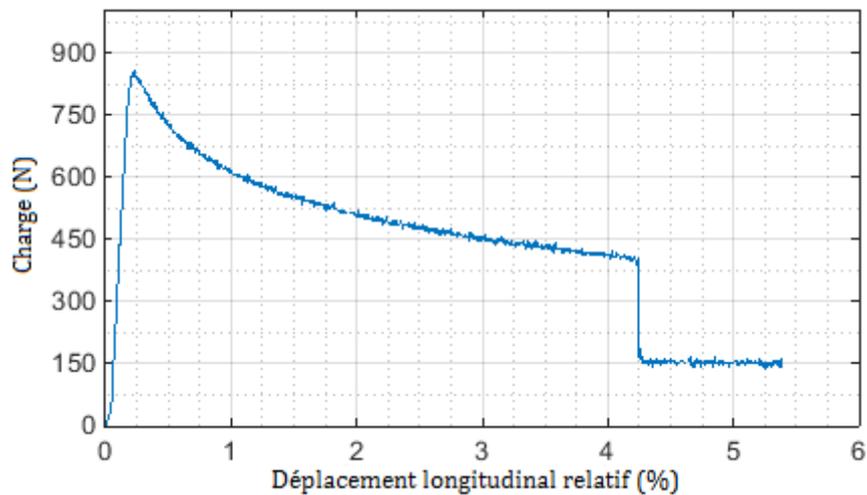


Figure 66. Courbe charge-déplacement relatif correspondant aux éprouvettes à  $90^\circ$

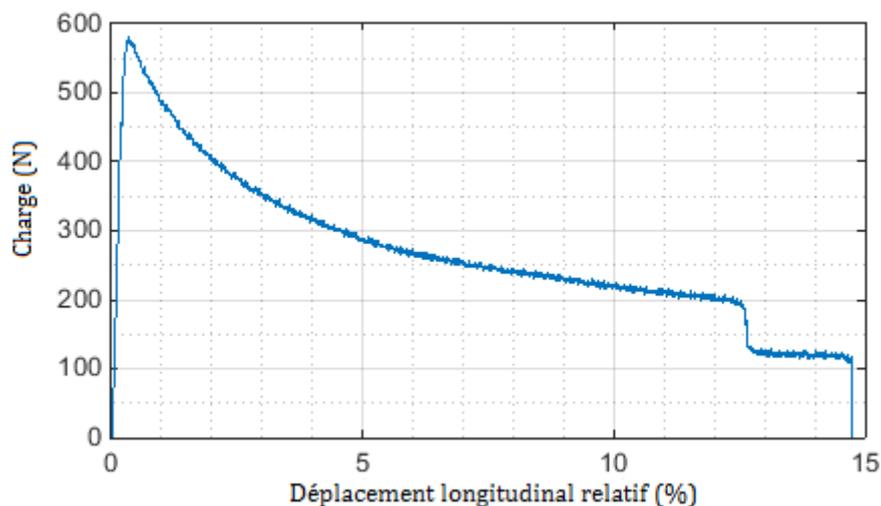


Figure 67. Courbe charge-déplacement relatif correspondant aux éprouvettes à  $45^\circ$

### 3. Calcul théorique de la charge critique et comparaison avec les résultats expérimentaux

On rappelle qu'une approximation de type poutre pour les éprouvettes testées a été adoptée pour ce calcul théorique. Les essais de tractions réalisés précédemment suivant plusieurs orientations ont permis d'obtenir les principales caractéristiques mécaniques que l'on récapitule dans le Tableau 14.

	$E_L$	$E_T$	$\nu_{LT}$	$\nu_{TL}$	$G_{LT}$
Valeur	4,92	5,2	0,133	0,182	1,17

**Tableau 14.** Principales caractéristiques mécaniques des stratifiés 100% lin

Ce qui permet de calculer les coefficients  $Q_{ij}$  de rigidité ayant pour expression :

$$Q_{11} = \frac{E_L}{1 - \nu_{LT}\nu_{TL}} \quad (4.13)$$

$$Q_{22} = \frac{E_T}{1 - \nu_{LT}\nu_{TL}} \quad (4.14)$$

$$Q_{12} = \frac{E_T}{1 - \nu_{LT}\nu_{TL}} \quad (4.15)$$

$$Q_{66} = G_{LT} \quad (4.16)$$

Comme le stratifié est symétrique, les matrices de rigidité des équations constitutives se réduisent aux matrices de membrane et aux matrices de flexion/torsion. Les coefficients de rigidité  $D_{ij}$  en flexion et torsion sont donnés par :

$$D_{ij} = \frac{1}{3} \cdot \left[ \sum_{k=1}^8 (h_k^3 - h_{k-1}^3) \right] Q_{ij} \quad (4.17)$$

et

$$D_{11}^* = \frac{D_{22}}{D_{11}D_{22} - D_{12}^2} \quad (4.18)$$

En connaissant les valeurs des composantes de tenseur de la rigidité dans le système d'axe principal du stratifié, on en déduit celles exprimées en dehors des axes principaux paramétrés par un angle  $\theta$  qui est l'angle entre l'axe des fils et l'axe de sollicitation. Ces valeurs sont déterminées en se basant sur les relations suivantes :

$$Q'_{11} = Q_{11} \cdot \cos^4\theta + Q_{22} \cdot \sin^4\theta + 2(Q_{12} + 2Q_{66})\sin^2\theta \cdot \cos^2\theta \quad (4.19)$$

$$Q'_{12} = (Q_{11} + Q_{22} - 4Q_{66})\sin^2\theta \cdot \cos^2\theta + Q_{12}(\sin^4\theta + \cos^4\theta) \quad (4.20)$$

$$Q'_{16} = (Q_{11} - Q_{12} - 2Q_{66})\sin\theta \cdot \cos^3\theta + (Q_{12} - Q_{22} + 2Q_{66})\sin^3\theta \cdot \cos\theta \quad (4.21)$$

$$Q'_{22} = Q_{11} \cdot \sin^4\theta + Q_{22} \cdot \cos^4\theta + 2(Q_{12} + 2Q_{66})\sin^2\theta \cdot \cos^2\theta \quad (4.22)$$

$$Q'_{26} = (Q_{11} - Q_{12} - 2Q_{66})\sin^3\theta \cdot \cos\theta + (Q_{12} - Q_{22} + 2Q_{66})\sin\theta \cdot \cos^3\theta \quad (4.23)$$

$$Q'_{66} = [Q_{11} + Q_{12} - 2(Q_{12} + Q_{66})]\sin^2\theta \cdot \cos^2\theta + Q_{66}(\sin^4\theta + \cos^4\theta) \quad (4.24)$$

Par la suite, les coefficients de rigidité  $D_{ij}$  en flexion et torsion sont déterminés à partir de la relation (4.17) et le coefficient  $D_{11}^*$  à partir de l'expression (4.18). Ces calculs nous ont amené aux résultats exprimés dans le Tableau 15.

	Sens 0°	Sens 90°	Sens 45°
Force critique expérimentale (N)	782±22	899±11	615±28
Force critique théorique (N)	1008±38	1082±45	740±18
Ecart (%)	22,4	17	17

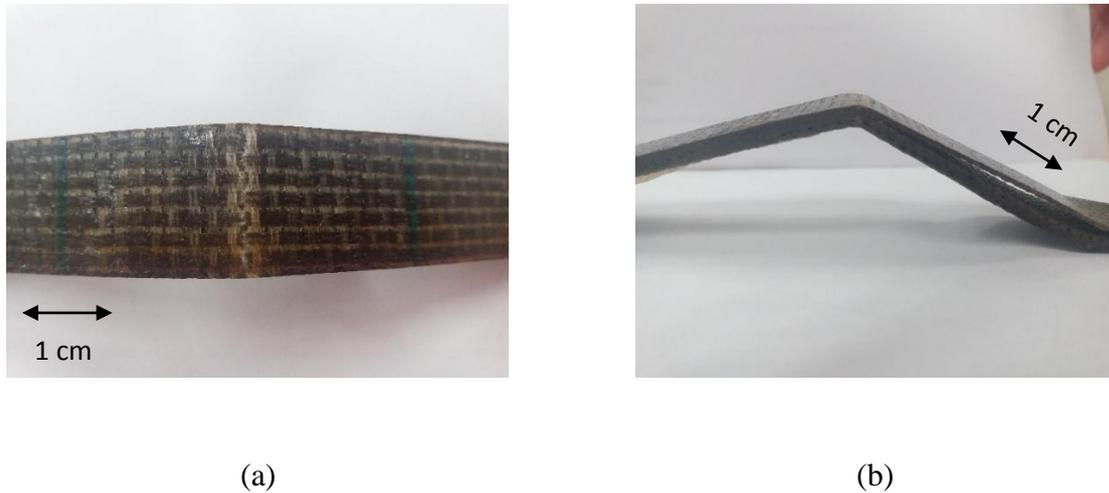
**Tableau 15.** Comparaison entre valeurs théoriques et expérimentales

Un écart assez clair, de 17 à 22,4%, est observé entre valeurs expérimentales et théoriques de la charge critique pour les 3 configurations d'éprouvettes : 0°, 90° et 45°. En fait, la présence d'une imperfection initiale entraîne une instabilité de la poutre pour une charge inférieure à celle prévue par l'analyse d'Euler. La dispersion dans les écarts par rapport au modèle de calcul vient principalement de la géométrie de l'éprouvette et des propriétés élastiques du matériau qui diffère d'une configuration à une autre. On peut considérer que trois paramètres fondamentaux interviennent dans l'interprétation de cet écart, qui sont l'existence d'un défaut initial (tel que le taux de porosité élevée), la géométrie de l'éprouvette présentée par  $l$ ,  $b$  et  $h$  et les propriétés élastiques du matériau, qui interviennent dans le calcul de  $D_{11}^*$ . Néanmoins, l'identification et la quantification de l'effet de chacun des défauts potentiels présentent certaines difficultés. Dans nos calculs, on a considéré des valeurs moyennes de tous les paramètres, engendrant des erreurs qui à fur et à mesure de calculs s'amplifient et creusent l'écart entre valeurs théorique et expérimentale.

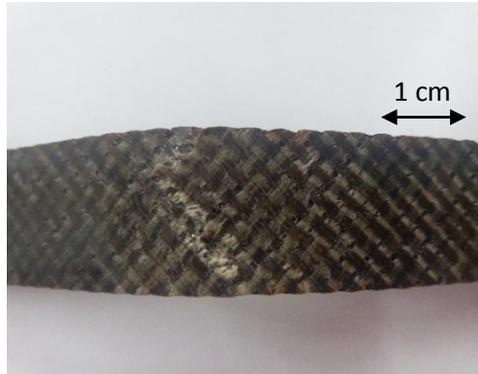
#### 4. Diagnostic des éprouvettes endommagées sous flambement

Ces essais de flambement ont été effectués avec suivi par émission acoustique afin de mettre en évidence la cinétique d'endommagement dans ces matériaux sollicités. Lors de l'apparition d'un endommagement dans la structure, ces composites subissent une redistribution de l'énergie emmagasinée dans la zone sollicitée vers toute la structure. Ces distributions locales correspondent à la signature de divers modes d'endommagement. Notre objectif est d'identifier la signature des signaux acoustiques intervenant durant le processus d'endommagement. Plusieurs modes d'endommagement peuvent intervenir, les fissurations locales de la matrice sont amorcées généralement par les défauts présents initialement (porosités, microfissures). La progression de cette fissuration nécessite peu d'énergie en raison des fortes concentrations de contraintes en front de fissure et peut provoquer l'apparition d'autres phénomènes dans son chemin. La rupture des fils et la dégradation totale du matériau découlent finalement de l'association de ces phénomènes. Les essais

de flambement réalisés ont été poursuivis jusqu'à l'apparition d'un endommagement majeur et visible à l'œil nu qui est dans notre cas la rupture des plis extérieurs sollicités en traction. Des observations macroscopiques et microscopiques post-mortem ont permis de visualiser certains phénomènes.



**Figure 68.** Profils des zones endommagées des éprouvettes à  $0^\circ$  et  $90^\circ$  (a) rupture transverse, (b) délaminage

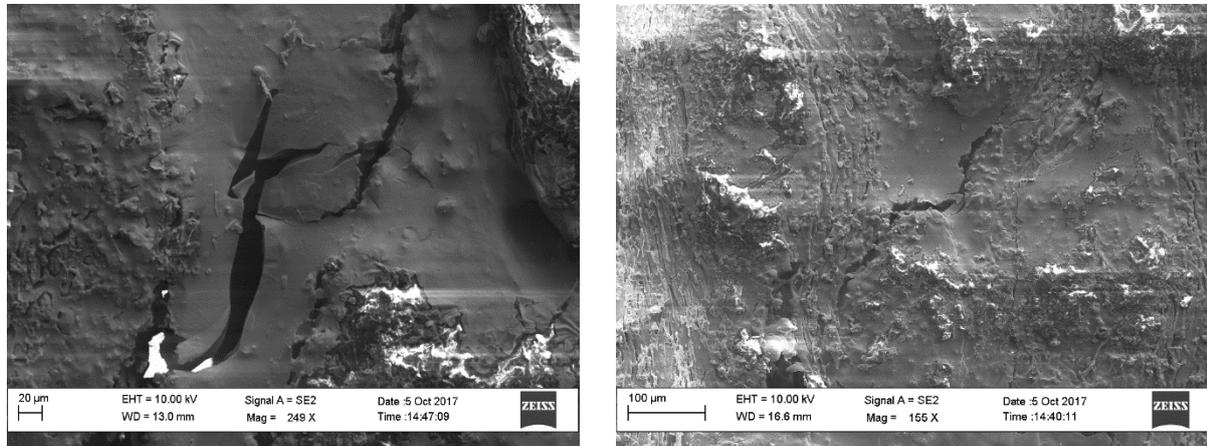


**Figure 69.** Front de rupture à  $\pm 45^\circ$

#### 4.1. Analyse macroscopique de la rupture

Pareillement au cas de la traction, des observations macroscopiques à l'aide d'une loupe binoculaire ont été effectuées sur les éprouvettes endommagées dans le but de faire l'inventaire des phénomènes mécaniques qui gouvernent la dégradation du composite étudié. Les profils de la partie fléchie caractéristique des différentes éprouvettes sont présentés sur la Figure 68 et la Figure 69. Différents constats peuvent en être tirés. Pour les éprouvettes orientées à  $0^\circ$  et  $90^\circ$ , on remarque une rupture rectiligne transverse des deux plis extérieurs accompagnée d'un délaminage visible à l'œil nu entre ces plis et le reste de la structure et on peut observer tout de même des fils rompus (Figure 68). En

revanche, en ce qui concerne les éprouvettes à  $45^\circ$ , le front de rupture suit une orientation à plus ou moins  $45^\circ$  et aucun délaminage n'est observé a priori (Figure 69).



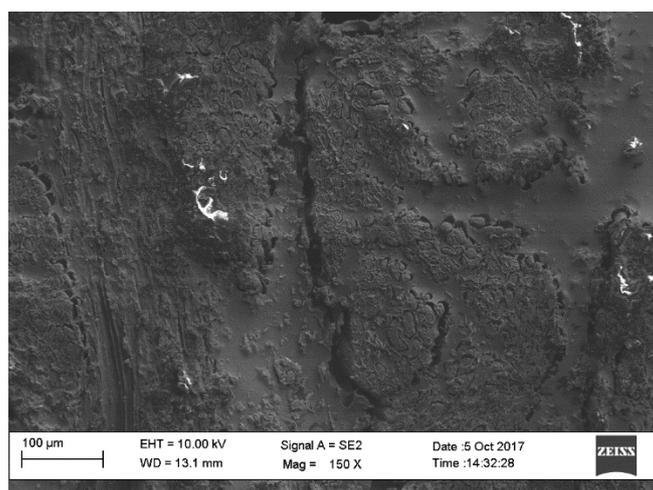
(a)

(b)

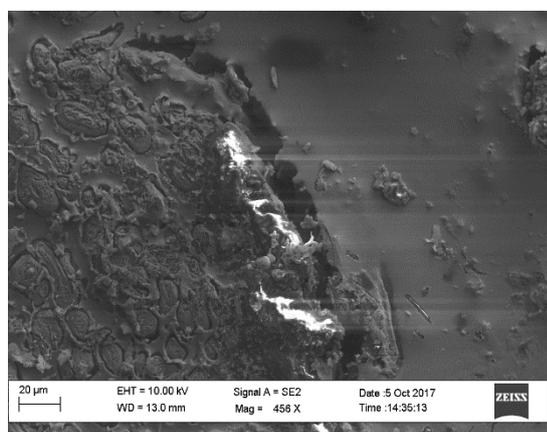
**Figure 70.** Exemples de fissuration matricielle obtenue par observation microscopique. (a) coupe d'une éprouvette, (b) propagation d'une fissuration

#### 4.2. Analyse microscopique de la rupture

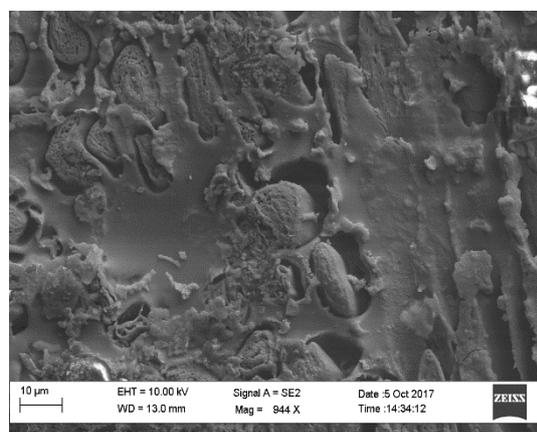
Pour une analyse plus détaillée des mécanismes d'endommagement, des observations supplémentaires des faciès de rupture ont été effectuées au microscope électronique à balayage. Ces analyses ont révélé la présence de plusieurs types de mécanismes qu'on peut facilement distinguer. La montre une micrographie de plusieurs zones endommagées, des grossissements ont permis de bien visualiser la fissuration matricielle. On remarque que ces dernières sont percolantes jusqu'à l'interface matrice/renfort, ce phénomène a été également observé pour toutes les configurations testées. Les observations microscopiques ont révélé la présence de la décohésion qui est de deux types ; une décohésion interfaciale entre matrice et fil (Figure 72) ainsi qu'une décohésion fibre/matrice (Figure 72). On rappelle que les fils du tissu de lin utilisé comme renfort sont constitués de plusieurs fibres. Cet endommagement s'explique bien par la mauvaise imprégnation de ces derniers dû à la faible compatibilité chimique entre renfort et matrice. La matrice a en effet du mal à pénétrer au cœur des fils techniques. Un délaminage a été observé entre les plis rompus (Figure 73) ainsi qu'une rupture des plis extérieurs pour les différentes orientations testées (Figure 74).



**Figure 71.** Observation microscopique d'une décohésion fil-matrice

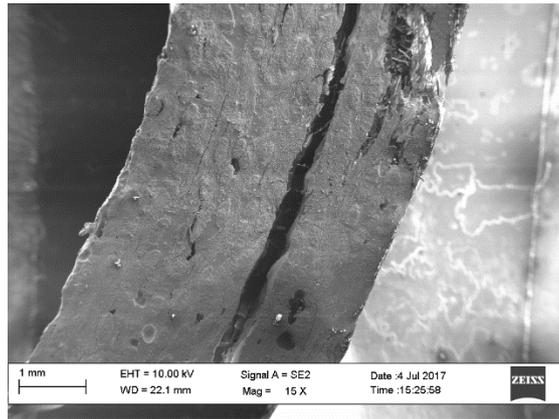


(a)

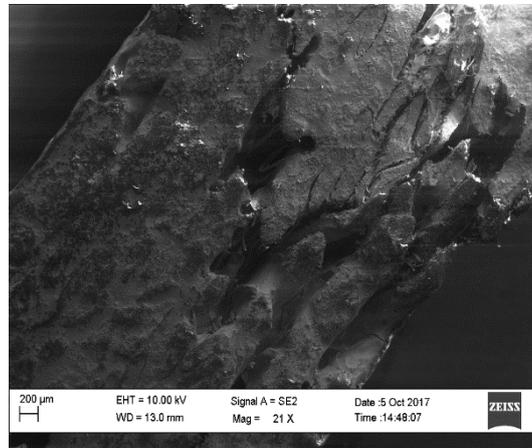


(b)

**Figure 72.** Décohésion interfaciale (a) vue globale, (b) vue détaillée



*Figure 73.* Observations microscopique du délaminage



*Figure 74.* Rupture des plis extérieurs

## 5. Résultats de la classification pour les essais de flambement

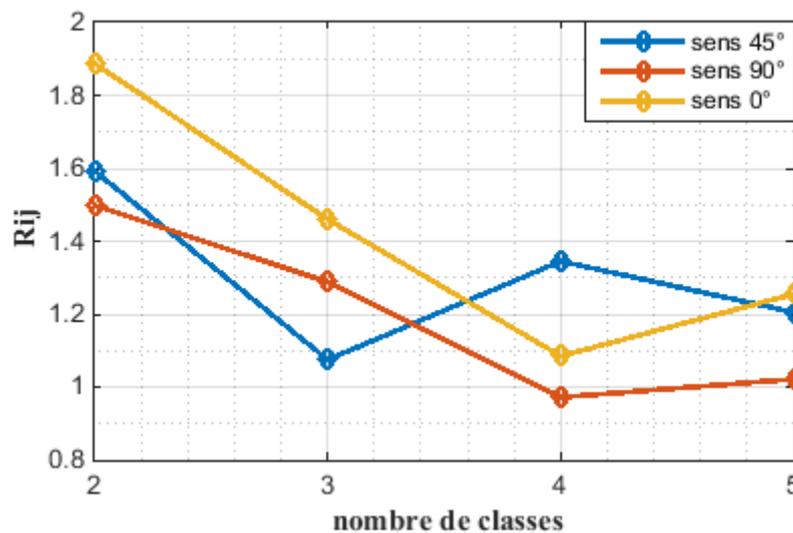
Comme dans le cas de la traction, la méthode de segmentation de données utilisée est celle des k-moyennes qui fait partie des méthodes non-supervisées. Le point faible de cette méthode est que le résultat de la classification dépend de l'initialisation de l'algorithme. La première étape consiste à fixer les descripteurs puis à les normaliser. D'après la littérature, cinq descripteurs considérés comme les plus représentatifs des signaux acoustiques sont retenus pour cette classification :

- l'amplitude maximale,
- la durée (le temps entre le premier et le dernier dépassement du seuil),
- le nombre de coups au pic,
- le temps de montée (le temps entre le premier dépassement du seuil et l'amplitude maximale),
- l'énergie émise.

Le nombre de classes à retenir pour la classification nécessite une connaissance a priori des mécanismes d'endommagement pouvant intervenir dans le matériau étudié. Ainsi, on obtient une segmentation optimale pour  $k = 4$  pour les éprouvettes à  $0^\circ$  et  $90^\circ$  indiquant que ces matériaux présentent donc 4 classes principales d'endommagement tandis que les éprouvettes à  $45^\circ$  présentent uniquement 3 classes d'endommagement (Figure 75).

### 5.1. Analyse des éprouvettes à $0^\circ$ sollicitées sous flambement

Ces éprouvettes présentent 4 classes principales d'endommagement. La Figure 76 donne les résultats de cette classification. Elle présente les distributions de l'amplitude en fonction du temps (a), la chronologie d'apparition des classes (b), l'analyse en composantes principales (c) et l'évolution de l'activité acoustique de différentes classes (d) au cours du temps. L'analyse en composantes principales (ACP) a permis la visualisation des résultats de la classification dans un espace à deux dimensions afin de valider la segmentation des données en quatre classes d'endommagement.



**Figure 75.** Détermination du nombre de classes optimal par le critère de Davies et Bouldin

La Figure 76 (a) et le montrent les gammes d'amplitude correspondante à chacune des classes. Un léger recouvrement est observé entre les classes 1 et 2, tandis que les classes 2 et 3 partagent quasiment la même gamme d'amplitude avec une prépondérance pour la classe 2 en terme de nombre de coups enregistrés. La classe 4 est caractérisée par des signaux de forte amplitude située entre 80 et 100 dB.

La Figure 76(b) montre la chronologie d'apparition des quatre types d'endommagements identifiés par la méthode des k-moyennes. Elle montre que les signaux de la classe 1 et 2 apparaissent simultanément dès le début de l'essai et continuent de se manifester jusqu'à la fin. Toutefois, les

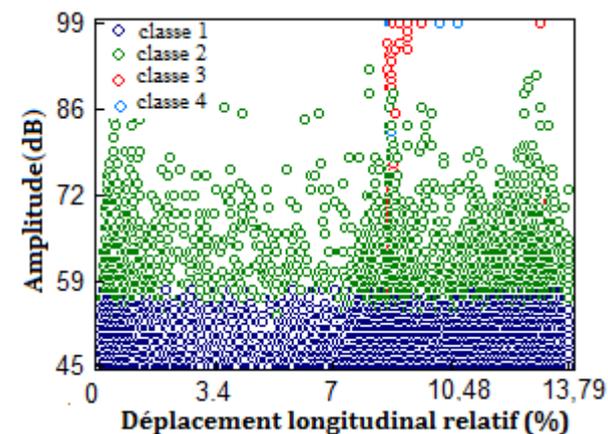
signaux de la classe 1 sont prépondérants et constituent la majorité de l'activité acoustique (73,8 % des salves d'EA contre 25,5% pour la classe 2). Les signaux de la classe 3 et 4 amorcés par l'accélération importante de ceux de la classe 1 et 2 apparaissent plus tardivement à 8,6% de déplacement longitudinal relatif en restant cependant très minoritaires en termes de nombre de coups (inférieur à 1%) ().

La Figure 76(d) met en évidence l'évolution et la progression de l'intensité acoustique des différentes classes et sert à détecter les grands événements et identifier les classes les plus énergétiques. Ainsi, malgré une prépondérance en termes de nombres de salves, les classes 1 et 2 sont très peu énergétiques, présentant ensemble un taux d'énergie inférieur à 5% tandis que les signaux de la classe 3 présentent quasiment le tiers de l'énergie totale libérée contre près de deux tiers pour la classe 4 ().

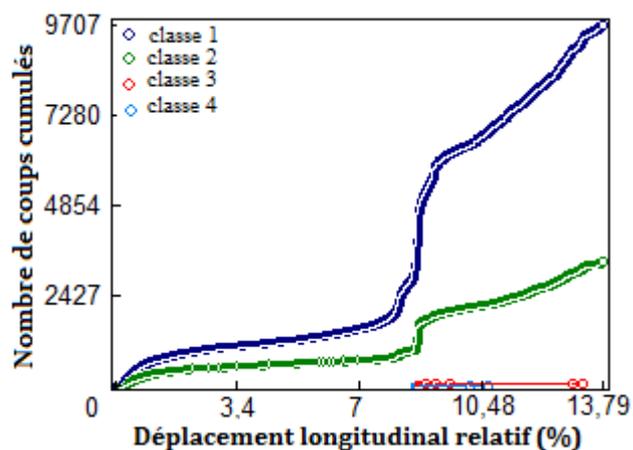
La corrélation de l'activité acoustique et de l'évolution des caractéristiques mécaniques du composite est présentée dans la Figure 77, la progression simultanée de la charge et de l'énergie libérée donne une information générale sur la cinétique de l'endommagement. Ainsi, on remarque que l'activité acoustique est très faible jusqu'à 8,6% de déplacement longitudinal relatif qui correspond au moment de détection des signaux de la classe 3 et 4 où elle connaît une augmentation brusque et très importante qui signifie généralement l'apparition des endommagements majeurs, cette élévation coïncide avec une chute de charge appliquée traduisant une perte importante de la rigidité intrinsèque du matériau suite à la dégradation du matériau.

	Classe 1	Classe 2	Classe 3	Classe 4
Amplitude (dB)	[45 - 57]	[50 - 92]	[56 - 99]	[82 - 99]
Nombre de coups cumulés (%)	73,8	25,5	0,62	0,08
Taux d'énergie acoustique (%)	0,31	4,25	33,58	61,84

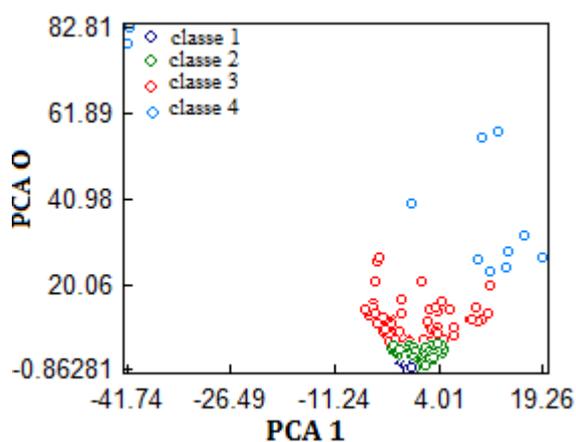
**Tableau 16.** Distribution des paramètres des classes d'endommagement des éprouvettes à 0° sollicitées sous flambement



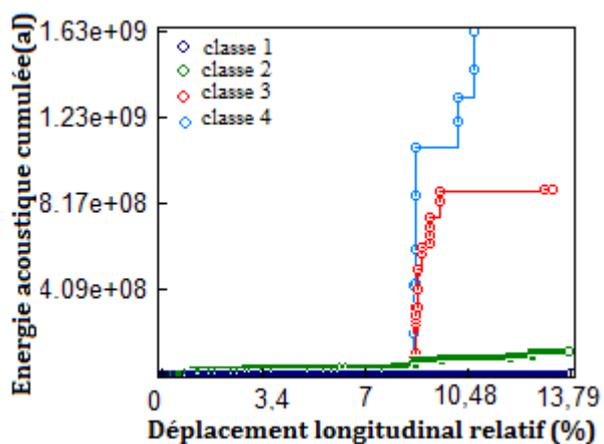
(a)



(b)

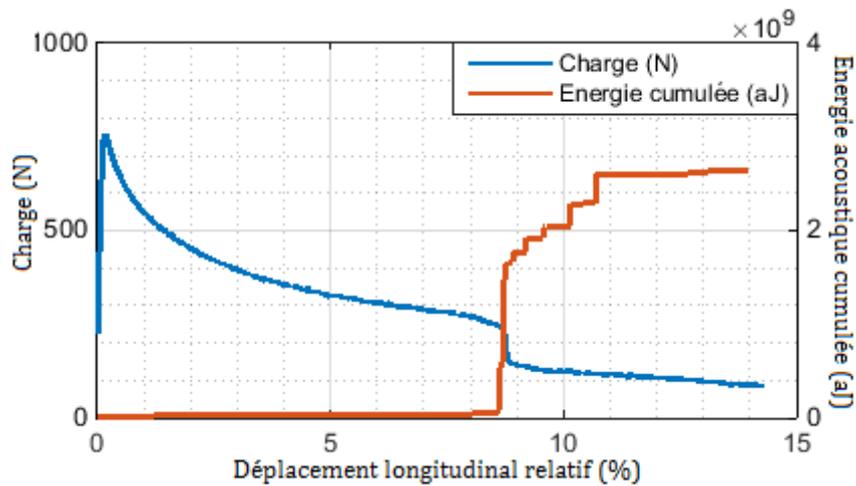


(c)



(d)

**Figure 76.** Analyse des données d'émission acoustique des éprouvettes à 0°. (a) représentation des évènements en amplitude/déformation, (b) chronologie d'apparition et évolution des classes, (c) analyse en composantes principales, (d) énergie acoustique cumulée des différentes classes



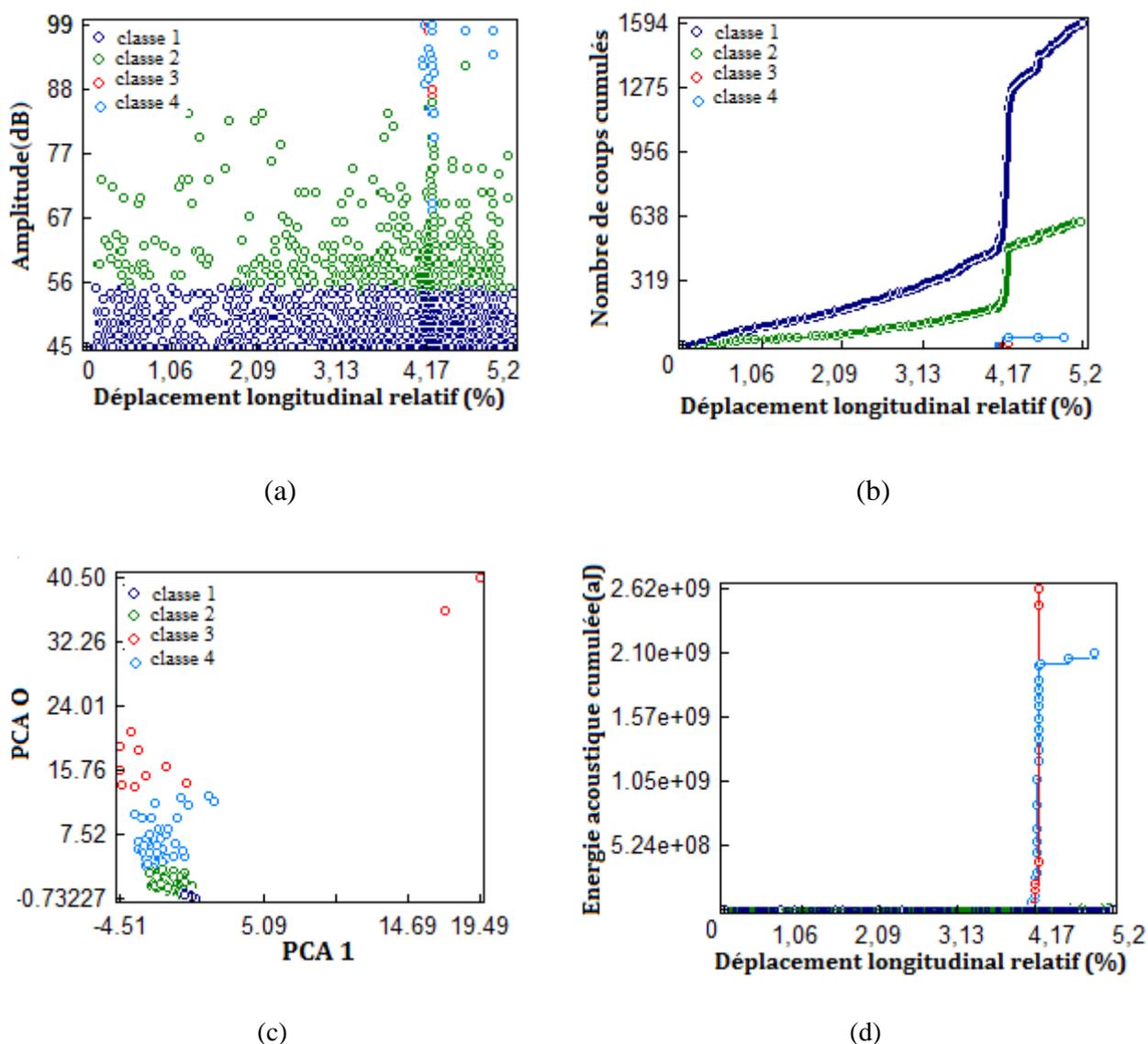
**Figure 77.** Évolution simultanée de la charge et de l'énergie acoustique cumulée des éprouvettes à 0° sollicitées sous flambement

## 5.2. Analyse des éprouvettes à 90° sollicitées sous flambement

D'une manière similaire à ce qui précède, et d'après le calcul de coefficient de Davies et Bouldin, on en conclut que le nombre de classes optimal est égal à 4 correspondant aux quatre types principaux d'endommagement. Les analyses des différentes salves acoustiques enregistrées au cours de l'essai nous ont permis de tracer l'évolution des principaux paramètres acoustiques en fonction du temps (Figure 78).

La Figure 78 (a) montre bien que les classes 1 et 2 sont bien distinctes avec des plages d'amplitudes propres à chacune des classes tandis qu'un recouvrement important est observé entre les classes 2, 3 et 4 (Tableau 17) rendant l'attribution des mécanismes d'endommagement en se référant uniquement à l'amplitude incertaine. C'est en analysant les autres paramètres les plus discriminants des signaux de l'EA que l'étiquetage des classes devra être effectué.

Concernant la chronologie d'apparition de ces derniers, les classes notées 1 et 2 apparaissent simultanément très tôt au cours de l'essai. Si la classe 1 est prépondérante, les deux évoluent de la même manière jusqu'à quasiment 4,7% de déformation longitudinale (environ 80% de durée de l'essai) où la cadence des signaux de la classe 1 devient très élevée devant celle de la classe 2 qui subit, quant à elle, une élévation moins importante. C'est à ce moment-là que les premiers événements de la classe 3 et 4 sont détectés.

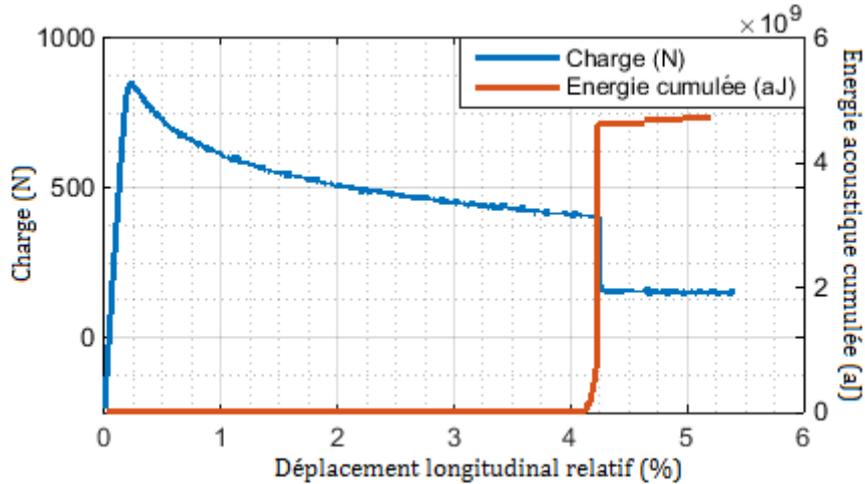


**Figure 78.** Analyse des données d'émission acoustique des éprouvettes à 90°. (a) représentation des évènements en Amplitude/déformation, (b) chronologie d'apparition et évolution des classes, (c) analyse en composantes principales, (d) énergie acoustique cumulée des différentes classes

Également, l'analyse en composantes principales ACP (Figure 78 (c)) a été utilisée afin de se rendre compte de la séparation des différentes classes et ainsi de bien confirmer la segmentation des données en 4 classes.

Pour conclure, la Figure 78 (d) montre l'évolution de l'activité acoustique des différentes classes. Ainsi, on remarque bien que les classes 3 et 4 qui surviennent tardivement, vers la fin de l'essai, sont très énergétiques, développant à elles seules la quasi-totalité de l'énergie libérée (Tableau 17). On peut en conclure qu'il s'agit des modes d'endommagement de forte d'intensité qui ont provoqué une dégradation majeure de l'échantillon tandis que les 2 premières classes sont très peu énergétiques.

La Figure 79 représente les courbes de l'évolution de la charge appliquée au cours de l'essai et celle de l'activité acoustique et on remarque également une élévation très importante de l'activité acoustique qui coïncide avec une chute de charge appliquée indiquant l'apparition d'un mode d'endommagement critique.



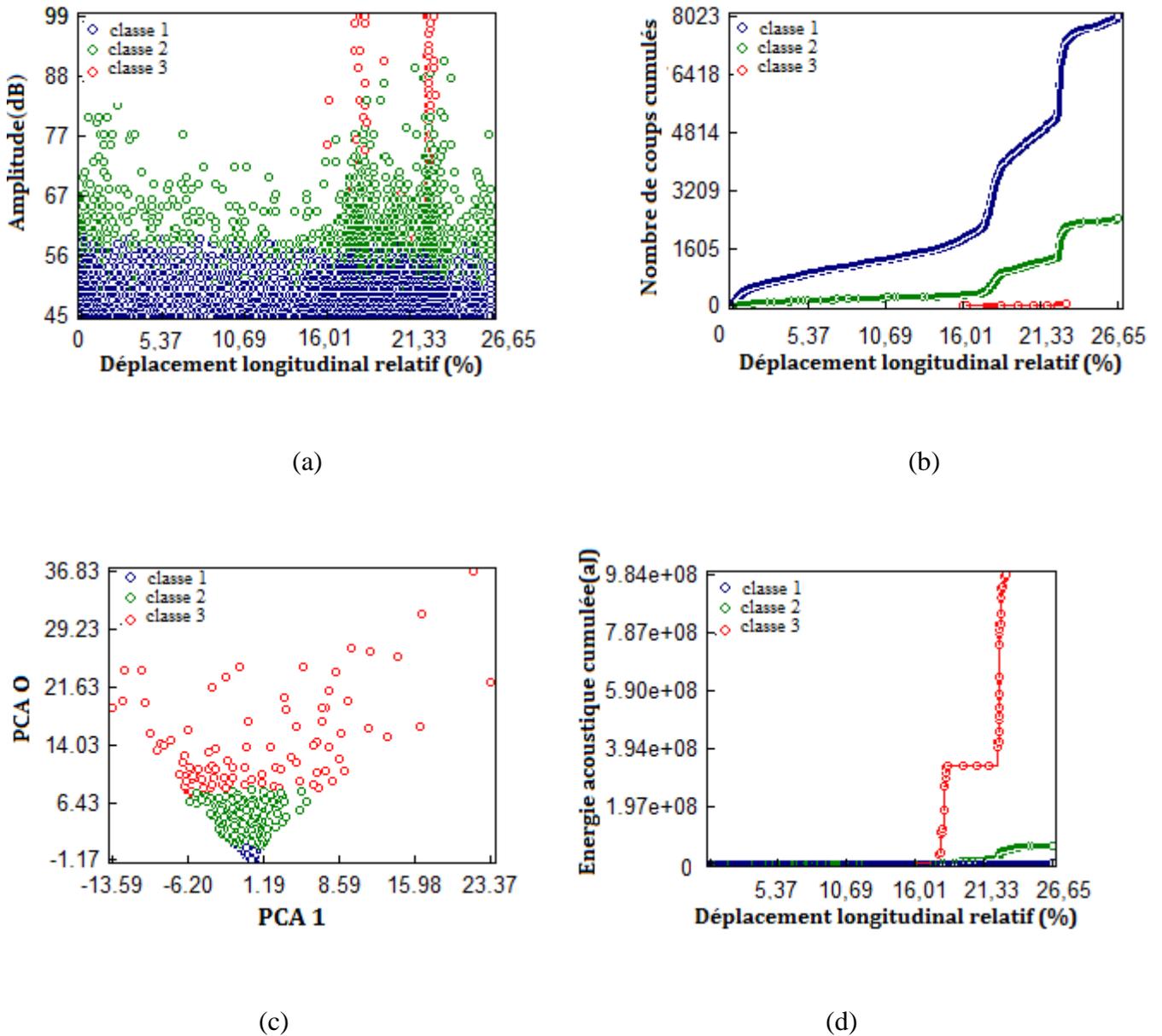
**Figure 79.** Évolution simultanée de la charge et de l'énergie acoustique cumulée des éprouvettes à 90° sollicitées sous flambement

	Classe 1	Classe 2	Classe 3	Classe 4
Amplitude (dB)	[45 - 55]	[53 - 92]	[65 - 99]	[70 - 99]
Nombre de coups cumulés (%)	70,59	27,01	1,9	0,48
Taux d'énergie acoustique (%)	0,01	0,41	44,19	55,37

**Tableau 17.** Distribution des paramètres des classes d'endommagement des éprouvettes à 90° sollicitées sous flambement

### 5.3. Analyse des éprouvettes à 45° sollicitées sous flambement

Pour le cas des éprouvettes à 45°, 3 classes d'endommagement ont été identifiées d'après le calcul de coefficient de Davies et Bouldin (Figure 75). La Figure 80(a) et le Tableau 18 montrent la distribution des gammes d'amplitude suivant les classes. Un recouvrement assez important est observé entre les 3 classes, avec une faible gamme d'amplitude pour la première classe et deux autres plages de valeurs assez similaires pour les classes 2 et 3, qui varient de 50 dB à 99 dB.

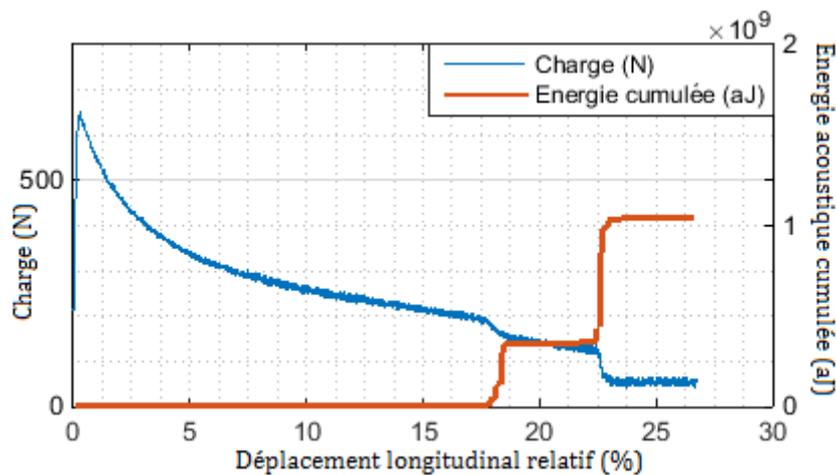


**Figure 80.** Analyse des données d'émission acoustique des éprouvettes à 45°. (a) représentation des évènements en amplitude/déformation, (b) chronologie d'apparition et évolution des classes, (c) analyse en composantes principales, (d) énergie acoustique cumulée des différentes classes

La Figure 80(b) présente la chronologie d'apparition des types d'endommagements obtenus par la méthode des k-moyennes. Cette figure montre que les signaux de type 1 sont prépondérants et apparaissent dès le début des essais, constituant la majorité de l'activité acoustique (76,3% des salves acoustiques). Les signaux de type 2 commencent également dès le début mais avec un cadencement d'apparition inférieur à ceux de type 1 et s'intensifient vers la fin de l'essai, ainsi leur nombre croit jusqu'à la dégradation du matériau (~ 23 % des signaux d'EA), tandis que les signaux de la classe 3 apparaissent plus tard (à 16% de déplacement longitudinal) et leur présence ne dure pas jusqu'à la fin de l'essai.

Quant à l'apport énergétique de chaque classe, on remarque qu'il est inversement proportionnel au nombre de signaux propres à chaque classe. Ainsi, la classe 1 et 2 possédant le quasi majorité des salves acoustiques ne présentent que 6% du la totalité de l'énergie acoustique émis tandis que les signaux de la classe 3 sont très majoritaires énergétiquement, possédant à eux seuls 93,95% de l'énergie libérée (Tableau 18).

Enfin, dans le but de corrélérer la déformation et l'activité acoustique, nous avons là aussi étudié l'évolution simultanée de l'énergie acoustique et la charge appliquée en fonction du temps (Figure 81). Au début de l'essai, l'activité acoustique émise est quasi-nulle indiquant que le matériau est en train d'emmagasiner de l'énergie plutôt que de manifester un endommagement. Puis, une augmentation brusque et élevée de l'énergie est observée vers 17,5% de déplacement relatif indiquant une libération importante d'énergie et coïncidant avec une légère chute de charge appliquée. Une deuxième augmentation plus importante est observée vers 23% de déplacement relatif et coïncidant avec une deuxième chute de charge correspondant à une autre chute de rigidité du matériau amorcé par la propagation des endommagements.



**Figure 81.** Évolution simultanée de la charge et de l'énergie acoustique cumulée des éprouvettes à 45° sollicitées sous flambement

	Classe 1	Classe 2	Classe 3
Amplitude (dB)	[45 - 60]	[46 - 91]	[52 - 99]
Nombre de coups cumulés (%)	76,03	23,08	0,88
Taux d'énergie acoustique (%)	0,16	5,88	93,95

**Tableau 18.** Distribution des paramètres des classes d'endommagement des éprouvettes à 45° sollicitées sous flambement

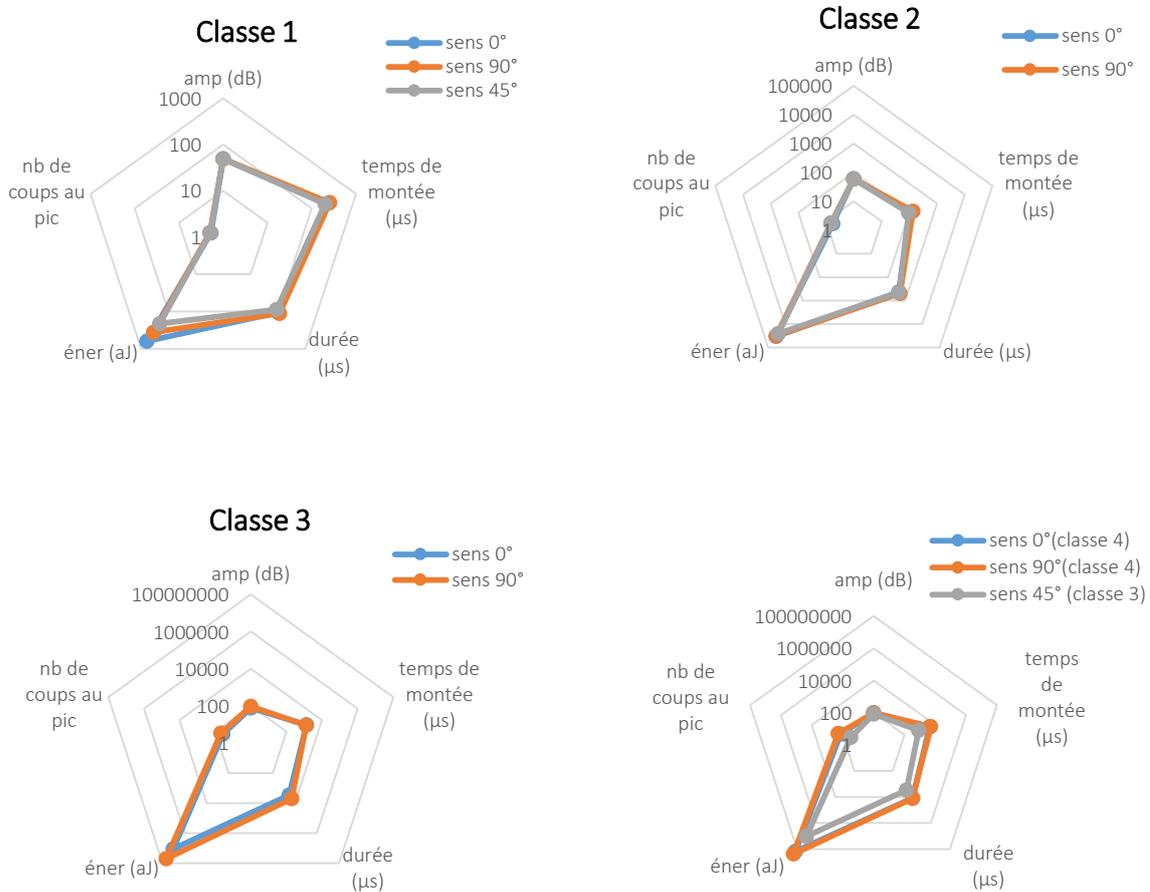
#### 5.4. Comparaison et analyse des 3 configurations

La comparaison de l'activité acoustique pour les trois types d'échantillon montre que le comportement des éprouvettes à 0° et 90° est assez similaire et caractérisé par l'apparition de quatre modes d'endommagement, tandis que les éprouvettes à 45° présentent seulement trois classes d'endommagement. Concernant le cadencement des signaux et l'intensité de l'activité acoustique, on constate une claire dispersion entre les trois types d'éprouvettes. Tandis que les éprouvettes à 0° et 90° présentent à peu près la même cadence d'apparition des signaux entre 13 et 14 signaux par seconde, les éprouvettes à 45° présentent environ 9 signaux par seconde indiquant une activité acoustique moins intense. Les activités acoustiques apparaissent dès le début de l'essai pour les 3 types des éprouvettes et évoluent progressivement au cours de l'essai avec une accélération très importante vers la fin de l'essai. Les courbes d'évolution de l'énergie acoustique libérée au cours de l'essai pour les 3 configurations commencent par une droite horizontale d'énergie quasi-nulle indiquant que le matériau émet des signaux acoustiques de faible intensité et ne subit pas d'endommagement majeur puis un saut vertical assez important de l'énergie libérée qui indique l'apparition d'un phénomène critique. Cette apparition est brève et instantanée et aucun amorçage progressif de l'endommagement qui lui correspond n'a été détecté.

#### 6. Synthèse et proposition d'attribution aux mécanismes d'endommagement

Les caractéristiques moyennes des différentes classes de signaux obtenues ont été comparées pour les trois catégories d'éprouvettes testées et pour les cinq descripteurs choisis. Les résultats sont exposés sur la Figure 82. Une représentation en "toile d'araignée" a été choisie afin de pouvoir regrouper rapidement les signatures acoustiques des différentes classes et ceci en comparant les formes obtenues. On remarque qu'il y a certaines signatures acoustiques qui sont assez semblables d'un type d'éprouvette à un autre et qui peuvent présenter par la suite le même phénomène d'endommagement.

Ce point est très important pour pouvoir attribuer des mécanismes d'endommagement aux classes d'évènements. (Figure 82).



**Figure 82.** Caractéristiques moyennes des quatre classes obtenues pour l'essai de flambement

Ainsi, on en déduit d'après la Figure 82 que les signatures des classes 1 et 2 sont assez similaires pour les trois types d'éprouvette et on peut admettre qu'ils présentent le même mécanisme d'endommagement. Tandis que pour la classe 3, c'est uniquement les éprouvettes à 0° et 90° qui présentent des caractéristiques moyennes semblables ce qui nous amène à les attribuer au même phénomène. D'autre part, la dernière classe identifiée pour les 3 configurations, soit la 4<sup>ème</sup> pour les éprouvettes à 0° et 90° et la 3<sup>ème</sup> pour les éprouvettes à 45° sont considérées comme étant représentatives du même mécanisme d'endommagement malgré une certaine dispersion dans les ordres de grandeur de l'énergie des signaux.

L'identification des mécanismes d'endommagement sur ces matériaux est très délicate étant donnée la microstructure et l'anisotropie du matériau. Les signaux d'EA recueillis rendent compte des mécanismes sources mais également de leur propagation dans le milieu. La mise en relation entre ces

signaux et les mécanismes sources susceptibles de les avoir créés n'est donc pas chose aisée. L'approche d'identification de la signature des mécanismes d'endommagement a été établie en se basant sur les formes d'ondes conventionnelles représentatives des divers modes d'endommagement des composites et en fonction également des caractéristiques moyennes des différents descripteurs. L'initiation de l'activité acoustique a lieu dès le début de l'essai avec la détection des signaux des classes 1 et 2. On constate pour les trois types d'éprouvettes, que les signaux de la classe 1 présentent la gamme d'amplitude la plus faible. Ces signaux sont caractérisés par un temps de montée moyen et un amortissement assez lent en comparaison avec les autres types ainsi qu'une forme de signal résonnante, une durée et une énergie absolue faibles. En se référant à la littérature et aux travaux précédemment établis et exposés dans le chapitre 1, on peut en conclure que ses signaux correspondent au mécanisme de la fissuration matricielle. Etant donné que les propriétés mécaniques de la matrice sont inférieures à celle du renfort, l'initiation et le développement des endommagements commencent principalement par les fissurations de cette dernière où des microfissures vont se créer et se propager à partir de la matrice vers toute la structure entraînant dans son chemin la création d'autres endommagements.

Concernant les signaux de la classe 2, ils commencent simultanément avec ceux de la classe 1 attestant le déclenchement d'un nouveau mécanisme d'endommagement avec toutefois un cadencement d'apparition faible au début de l'essai. Pour ce type de signaux, on observe que la forme du signal est plutôt de type impulsionnel, avec des temps de montée courts, ce qui, en accord avec la littérature, peut être associé au mécanisme de décohésion d'interface renfort/matrice. Cet endommagement est favorisé par la présence des fils dans le sens transverse de la sollicitation. Ainsi, les observations microscopiques établies au paragraphe 4.2 montrent deux types de décohésion qui cohabitent au même temps, des décohésions interfaciales et des décohésions fibre/matrice. On peut admettre le scénario suivant pour la classe 2, des décohésions commencent à se former à l'interface fibre-matrice progressivement, que ce soit des fibres sur la périphérie des fils ou bien à l'intérieur. Ces décohésions s'amorcent de façon très précoce et se propagent sur le contour du fil, cette propagation finit par créer une décohésion entre le fil et la matrice comme le montre la Figure 73.

En ce qui concerne les signaux de la classe 3 pour les éprouvettes à  $0^\circ$  et  $90^\circ$ , ils apparaissent plus tardivement, anticipés par l'amorçage des fissurations matricielles et de la décohésion interfaciale, c'est principalement l'accentuation de ces deux mécanismes qui a donné naissance à ce nouvel endommagement. Les signaux qui lui correspondent sont caractérisés par des durées très longues, des temps de montée lents et une forme d'onde impulsionnelle, ils sont assez énergétiques avec une

gamme d'amplitude assez large. A partir de ces propriétés, et en accord avec les données de la littérature, on peut attribuer cette classe au mécanisme de délaminage. En fait, la décohésion fibre/matrice conduit à une concentration de contraintes à l'interface qui devient le site privilégié de l'initiation de l'endommagement, ces endommagements se propagent ensuite le long des fibres sous forme de fissures intra-laminaires et se développent dans les plis adjacents ou à l'interface de ces plis provoquant l'apparition du délaminage. Ce type d'endommagement contribue largement à la dégradation des propriétés mécaniques de la structure, ce qui se traduit par une énergie acoustique libérée assez importante. La Figure 76 (d), la Figure 78 (d) et la Figure 80 (d) exposent des sauts d'énergie, ce qui montre que l'apparition du délaminage ne s'est pas produit d'une manière uniforme et progressive mais par à-coups en plusieurs fois.

Enfin, la classe 4 des éprouvettes à  $0^\circ$  et  $90^\circ$  ainsi que la classe 3 observée chez les éprouvettes à  $45^\circ$ , génèrent des signaux de forte amplitude et une énergie libérée assez importante malgré leur nombre très minoritaire par rapport aux signaux des autres classes. Ces derniers sont détectés quasiment au même moment que celui des signaux de la classe 3. Leur apparition coïncide avec l'augmentation rapide du nombre d'évènements des classes 1 et 2. Ils sont associés à la rupture des fils et précisément ceux des plis extérieurs comme le témoigne les observations microscopiques (paragraphe 4.2).

## **7. Conclusion**

L'étude des composites stratifiés tissés à renfort lin sollicités sous flambement a permis d'obtenir la courbe force-déplacement relatif et d'en déduire la charge critique de flambement expérimentalement. Pour les 3 configurations testées, une chute de charge est observée une fois la charge critique atteinte, contrairement à ce qui était observé dans d'autres travaux portant sur le flambement des composites [140] où la charge post critique semble rester constante et ayant des valeurs très proches de la charge critique. La charge critique déterminée pour les éprouvettes à  $0^\circ$  est estimée à 782 N contre 899 N pour les éprouvettes à  $90^\circ$  et 615 N pour les éprouvettes à  $45^\circ$ . Une confrontation des valeurs expérimentales avec celles déterminées par calcul théorique a mis en évidence un écart important. Le calcul théorique a fait intervenir des valeurs moyennes des différentes propriétés mécaniques (rigidité, coefficient de poisson, module de cisaillement.) déterminées dans le chapitre 3. Des incertitudes de calcul et de mesure de ses propriétés ont entraîné des écarts qui se sont amplifiés tout au long du calcul, de plus, les variables géométriques et les conditions aux limites ont accentué cet écart.

Le suivi de l'endommagement par émission acoustique croisé avec des observations microscopiques a révélé la présence de plusieurs mécanismes. Alors que les éprouvettes à  $0^\circ$  et  $90^\circ$  présentent 4 classes d'endommagement, les éprouvettes à  $45^\circ$  présentent uniquement 3 classes. La fissuration matricielle, la décohésion et la rupture des fils des plis extérieurs ont été identifiées pour toutes les configurations par analyse des propriétés moyennes des descripteurs principaux retenus pour la classification ainsi que par des observations microscopiques. D'autre part, le mécanisme de délaminage a été identifié uniquement chez les éprouvettes à  $0^\circ$  et  $90^\circ$ . Les observations microscopiques ont bien confirmé l'absence de ce mécanisme chez les éprouvettes à  $45^\circ$ .

## **Chapitre 5. Comportement hydrique et mécanique des composites hybrides**

On a vu précédemment que le taux de porosité élevé trouvé dans les composites 100% lin avait un impact néfaste sur les propriétés mécaniques. Ceci s'est manifesté par une cadence d'apparition assez élevée des signaux acoustiques associés à la fissuration matricielle. Cette dernière a été initiée et propagée à partir des cavités présentes dans la structure. La mise en œuvre de tissu peu maîtrisée (entrelacement spécifique) a favorisé la création des porosités. Une alternative est proposée dans ce chapitre, elle consiste à faire appel à la technique de l'hybridation. Notre choix s'est porté sur les fibres de carbone, réputées pour être hydrophobe contrairement aux fibres de lin ce qui assure une meilleure adhésion au niveau de l'interface renfort/matrice et ayant des propriétés mécaniques élevées en terme de rigidité et de résistance. On s'intéressera à la caractérisation mécanique et hydrique des composites hybrides renforcés à la fois par des plis de lin et de carbone. Des plaques, contenant 4 plis de tissu toile de lin et 4 plis de tissu sergé de carbone, ont été élaborées par moulage sous vide conformément au procédé décrit dans le chapitre 2. Le principe de la symétrie a été respectée pour toutes les plaques fabriquées afin d'éviter le couplage entre traction et flexion hors plan ainsi que d'éliminer les déformations résiduelles qui peuvent en être issues. Plusieurs empilements ont été testés en sorption, traction et flambement afin de bien mettre en évidence l'influence de la séquence d'empilement sur les comportements hybride et mécanique. Les séquences testées sont les suivantes :  $[L_4]_s$ ,  $[L/C/L/C]_s$ ,  $[C/L/L/C]_s$ ,  $[C/C/L/L]_s$ .

## 1. Analyse des microstructures

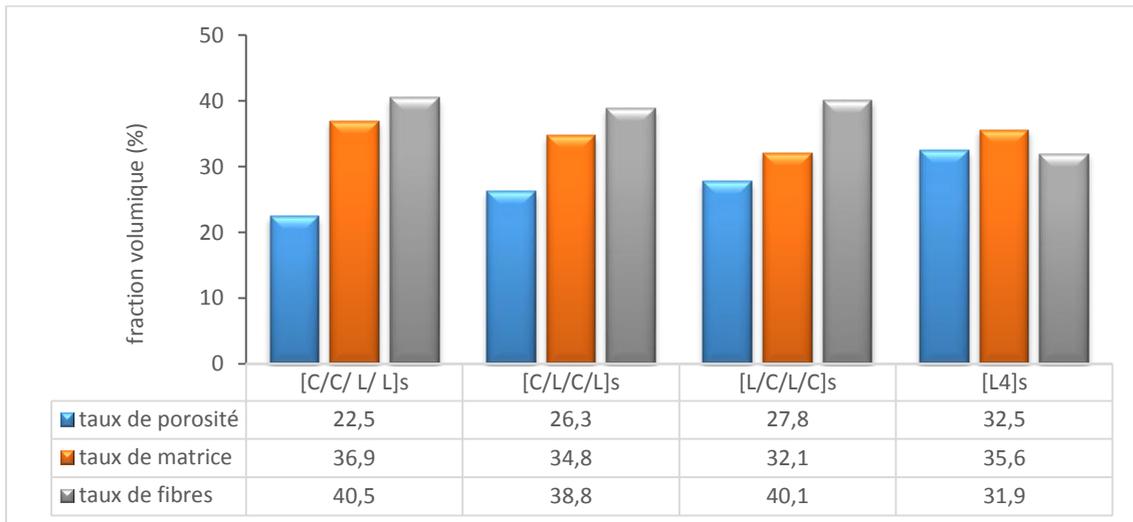
Les plaques obtenues ont pour longueur en moyenne 270 mm et une largeur de 230 mm. L'épaisseur des différentes plaques produites dépend essentiellement de la séquence d'empilement du stratifié et de la composition des plaques obtenues. Dans tous les cas, l'épaisseur est aux alentours de 3 mm (Tableau 19. ). Les plaques  $[L_4]_s$  sont nettement plus épaisses que les plaques hybrides.

Les fractions volumiques des différents constituants (matrice, fibre et porosité) ont été déterminées à partir des dimensions des plaques (longueur, largeur et épaisseur), de leur masse, du nombre de pli associé à chaque type de renfort (lin ou carbone) ainsi que de leur grammage et de la masse volumique de la matrice époxy (Figure 83. ).

Le taux de porosité obtenu dans les diverses plaques est très important. Il est supérieur à 30% pour le composite  $[L_4]_s$  et se réduit à 22,5% pour le composite  $[C/C/L/L]_s$ . Le remplacement de 4 plis de lin par 4 plis de carbone permet de réduire le taux de porosité à une valeur moyenne de 25,5%, ce dernier varie en fonction de la séquence d'empilement (Figure 83).

<i>Séquence d'empilement</i>	<i>Épaisseur (mm)</i>
[L <sub>4</sub> ] <sub>s</sub>	4,07
[L/C/L/C] <sub>s</sub>	2,93
[C/L/C/L] <sub>s</sub>	2,67
[C/C/L/L] <sub>s</sub>	2,77

**Tableau 19.** Répartition des épaisseurs suivant les séquences d'empilement



**Figure 83.** Fractions volumiques des différentes plaques élaborées

On a déjà développé les facteurs généraux qui favorisent la création des porosités dans le chapitre 3. Cependant, dans le cas présent, malgré l'usage de la même quantité de matrice (résine+durcisseur), avec le même procédé d'élaboration et dans les mêmes conditions expérimentales (pression, température) et en utilisant le même renfort (tissus de lin et de carbone), une dispersion assez claire dans le taux de porosité entre les différentes plaques est constatée (Figure 83. ). Au vu de ces résultats, la séquence d'empilement est mise en jeu. Il est clair que plus les plis en carbone sont à la surface, plus le taux de porosité est réduit.

Ceci peut s'expliquer par l'architecture et la structure du tissu en lin qui est insuffisamment rempli et présente de nombreux vides entre les fibres sens chaîne et trame. En mettant un pli de lin à l'extérieur, on a tendance à faire évacuer et expulser beaucoup de matrice lors de l'élaboration de la plaque et précisément au cours de la dépression. Par contre, en mettant des plis en tissu de carbone, qui est beaucoup plus rempli, à la surface de la structure, on emprisonne la résine à l'intérieur et cela entraîne présente un effet barrière ce qui rend la plaque moins poreuse.

Néanmoins, le taux de porosité de la séquence d'empilement [L/C/C/L]<sub>s</sub> représente une contradiction dans la cohérence des résultats (Figure 83. ) car elle possède un taux de porosité supérieur aux autres

drapages présentant plus de plis de lin à la surface, ceci est dû en grande partie aux conditions de mise en œuvre (drapage manuel, pression d'élaboration) qui peuvent engendrer de telles dispersions et incohérences.

## 2. Absorption d'eau

### 2.1. Conditions de vieillissement retenues

A l'issue du développement théorique exposé dans le premier chapitre, il a été montré que la température et le taux d'humidité du milieu sont les deux principaux paramètres qui influencent la cinétique de propagation des molécules d'eau au sein d'une structure. En fait, la température agit sur le coefficient de diffusion tandis que le taux d'humidité agit sur la masse d'eau à saturation. Ces deux principaux facteurs ont été fixés égaux dans notre étude expérimentale pour toutes les plaques testées afin de mettre en évidence l'influence de la séquence d'empilement (corrélée avec le taux de porosité) sur la cinétique de la sorption. On rappelle que ces essais ont été réalisés en immersion totale, soit à un même taux d'hygrométrie et à une température estimée à 25°C. Le suivi cinétique de la diffusion de l'humidité s'est fait par mesure gravimétrique. Les résultats de reprise hydrique  $\% m_{eau}(t)$  sont présentés en fonction de  $\sqrt{temps}$  afin d'être en cohérence avec le modèle classique de diffusion de Fick. La durée de prélèvement des mesures estimée à un mois et demi a permis d'atteindre l'équilibre.

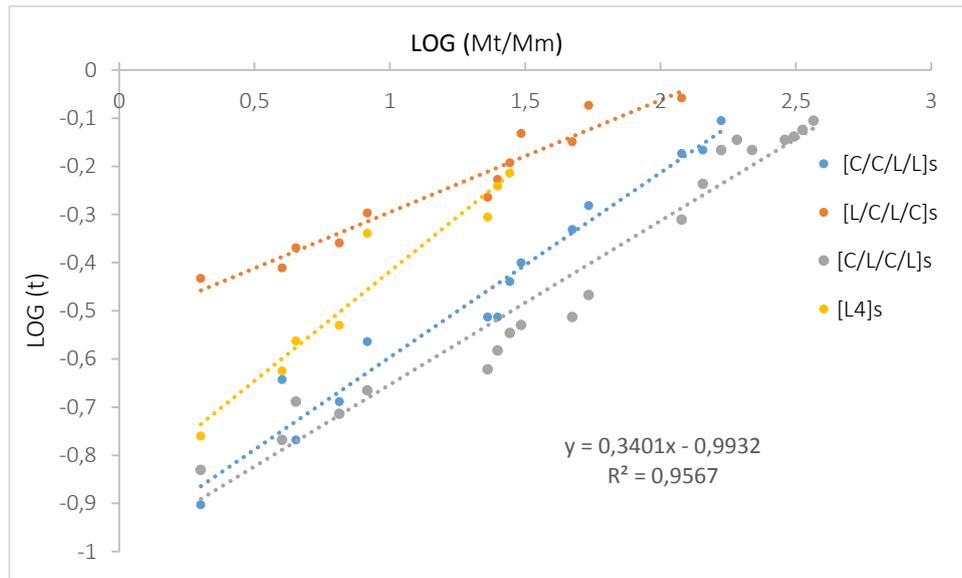
### 2.2. Identification du comportement Fickien de la reprise d'eau

Afin d'étudier le mécanisme d'absorption de l'eau par les composites, les données expérimentales sont ajustées avec l'équation (5.1) que l'on peut exprimer sous la forme (5.2), où  $M_t$  est la teneur en eau à l'instant  $t$ ,  $M_\infty$  est la teneur en eau à saturation et  $k$  et  $n$  sont des constantes.

$$\frac{M_t}{M_\infty} = k \cdot t^n \quad (5.1)$$

$$\log\left(\frac{M_t}{M_\infty}\right) = \log k + n \log t \quad (5.2)$$

Les constantes  $n$  et  $k$  permettent d'identifier le mécanisme d'absorption d'eau par le composite. Leurs valeurs sont déterminées par une régression linéaire (Figure 84. ). La constante  $k$  est une constante caractéristique du matériau, qui caractérise l'interaction entre celui-ci et l'eau tandis que la constante  $n$  permet d'identifier le mécanisme de sorption. L'essai de sorption a été appliqué sur les quatre séquences d'empilements : [C/C/L/L]<sub>s</sub>, [C/L/C/L]<sub>s</sub>, [L/C/L/C]<sub>s</sub> et [L<sub>4</sub>]<sub>s</sub>.



**Figure 84.** Régression linéaire des mesures de sorption d'eau pour déterminer les paramètres  $n$  et  $k$  de la cinétique de sorption des différents séquences d'empilement

<i>Séquence d'empilement</i>	<i>n</i>	<i>k</i>	<i>R</i> <sup>2</sup>
[L <sub>4</sub> ] <sub>s</sub>	0,453	2,39	0,93
[L/C/L/C] <sub>s</sub>	0,233	1,69	0,94
[C/L/ C/ L] <sub>s</sub>	0,341	2,7	0,95
[C/C/L/L] <sub>s</sub>	0,5	2,66	0,96

**Tableau 20.** Ajustement de l'essai de sorption avec le modèle de Fick

La détermination de la constante  $n$  a permis de déterminer le mécanisme de transport d'eau de chaque plaque. Ainsi, les séquences d'empilements [L<sub>4</sub>]<sub>s</sub>, [L/C/L/C]<sub>s</sub> et [C/L/C/L]<sub>s</sub> présentent une diffusion pseudo-Fickienne tandis que la plaque au drapage [C/C/L/L]<sub>s</sub> présente une diffusion Fickienne.

L'ajustement des valeurs expérimentales avec le modèle de Fick (Figure 85) montre des superpositions plus au moins parfaites, l'ajustement est quasi-parfait pour les drapages [L/C/L/C]<sub>s</sub> et [C/C/L/L]<sub>s</sub>, moins parfait pour le [L<sub>4</sub>]<sub>s</sub> tandis que l'écart s'accroît un peu plus pour le [C/L/C/L]<sub>s</sub>. Néanmoins, on peut faire l'hypothèse que l'absorption d'eau dans ces composites est gouvernée par le comportement fickien (Tableau 20).

### 2.3. Détermination des coefficients de transport d'eau dans le matériau

- **Coefficient de diffusion**

Les données expérimentales récoltées ont permis de tracer la courbe teneur en eau  $M_t$  en fonction de  $\sqrt{t}$ . Ces données sont à comparer avec l'expression théorique de la diffusion Fickienne valable

pour une grande plaque d'épaisseur  $h$ . L'absorption d'eau dans le temps est donnée par l'équation (5.3) pour les temps courts et l'équation (5.4) pour les temps longs que l'on rappelle ci-dessous. Les Figure 85((a) à (d)) permettent de vérifier l'ajustement du modèle de diffusion de Fick avec les données expérimentales.

$$\frac{M_t}{M_\infty} = \frac{4}{h} \sqrt{\frac{Dt}{\pi}} \quad (5.3)$$

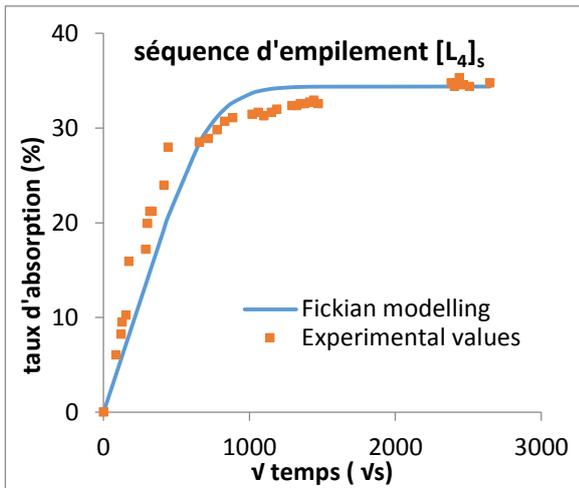
$$\frac{M_t}{M_\infty} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \exp\left(\frac{-D \pi^2 t}{h^2}\right) \quad (5.4)$$

Les coefficients de diffusion pour ces campagnes d'essais ont été calculés en se reposant sur l'équation (5.3) qui exprime la reprise d'eau aux temps courts. En fait, au début de l'essai, le gain de masse est quasi-linéaire en fonction de  $\sqrt{t}$ , ce qui permet par régression linéaire et identification à l'équation (5.3) de remonter très facilement à la valeur du coefficient de diffusion. Le caractère hydrophile des fibres de lin les rend très sensible à l'humidité présente dans l'environnement tandis que les fibres de carbone ont un comportement totalement neutre vis à vis de la diffusion de l'eau. Etant donné que le taux de matrice contenu dans les différentes plaques testées varie peu ( $34,6 \pm 2,7$ ), l'ensemble des études de vieillissement hydrique des composites carbone/époxy se base principalement sur le comportement des plis de lin et notamment leur position au sein de la structure.

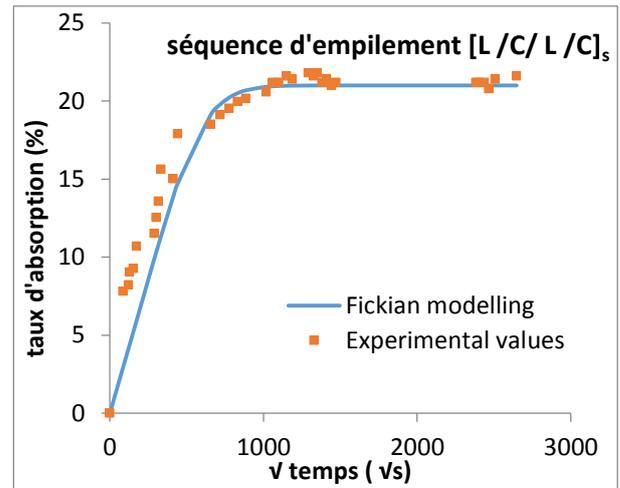
Pour des temps courts (typiquement  $\frac{M_t}{M_\infty} \leq 0,6$ ), les valeurs du coefficient de diffusion  $D$  peuvent être calculées à partir de la relation :

$$D = \frac{\pi}{4M_\infty} \cdot \left(\frac{M_t}{\sqrt{t}}\right)^2 = \pi \left(\frac{\theta}{4M_\infty}\right)^2 \quad (5.5)$$

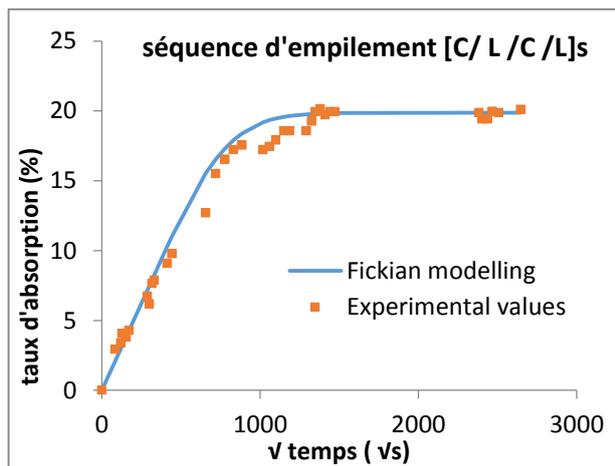
où  $\theta$  est la pente de la partie linéaire de la courbe de sorption.



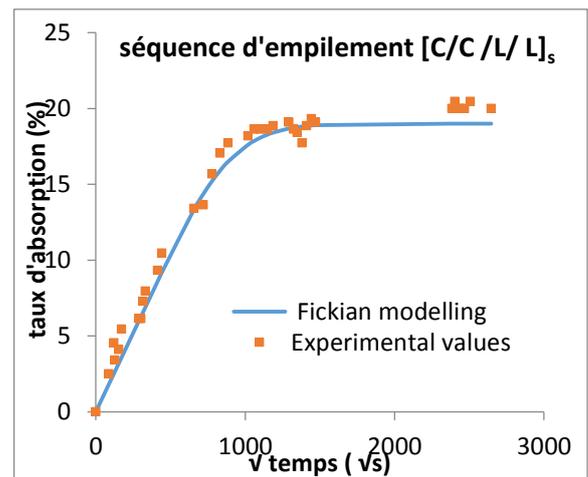
(a)



(b)



(c)



(d)

**Figure 85.** Ajustement du modèle de diffusion de Fick aux résultats expérimentaux de l'absorption d'eau par les stratifiés (a)  $[L_4]_s$ , (b)  $[L/C/L/C]_s$ , (c)  $[C/L/C/L]_s$  et (d)  $[C/C/L/L]_s$

- **Coefficient de sorption**

La perméabilité des molécules d'eau à travers l'échantillon composite est dépendante de la diffusivité ainsi que de la sorption ou la solubilité de l'eau dans le matériau composite. Le coefficient de sorption  $S$ , qui est lié à la sorption à l'équilibre de l'eau, est calculé en utilisant l'équation (5.6).

$$S = \frac{M_{\infty}}{M_0} \quad (5.6)$$

où  $M_{\infty}$  est la masse de l'eau absorbée à l'équilibre (saturation) et  $M_0$  est la masse initiale de l'échantillon à l'état anhydre. Par ailleurs, il est évident que le coefficient de sorption est aussi corrélé avec le taux de porosité. Plus ce dernier est élevé, plus la quantité d'eau pénétrante est importante (Figure 86).

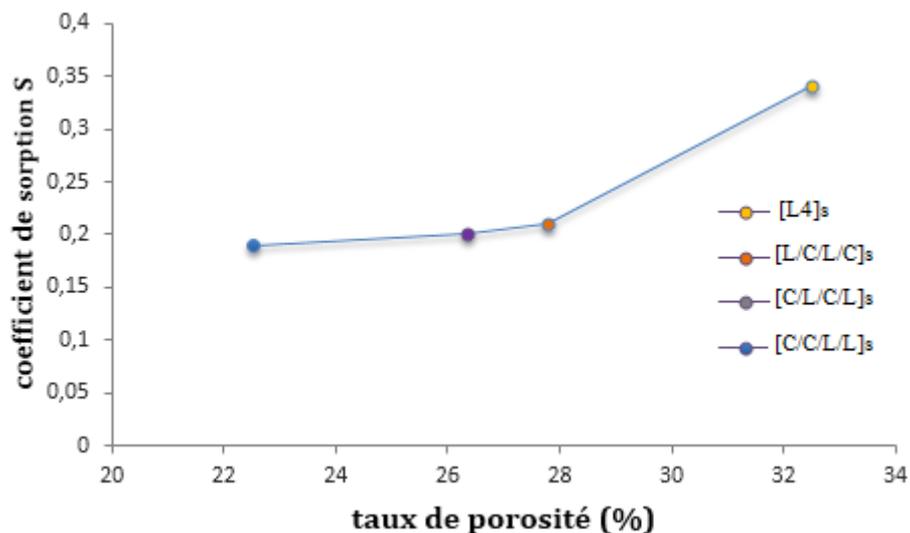


Figure 86. Corrélation entre le coefficient de sorption et le taux de porosité

- **Coefficient de perméabilité**

Le coefficient de perméabilité  $P$  est le produit des coefficients de diffusion et de sorption.  $P$  est considéré comme l'effet combiné de la sorption et de la diffusion. Il définit la perméabilité aux molécules d'eau du composite et est exprimé par l'équation (5.7).

$$P = D.S \quad (5.7)$$

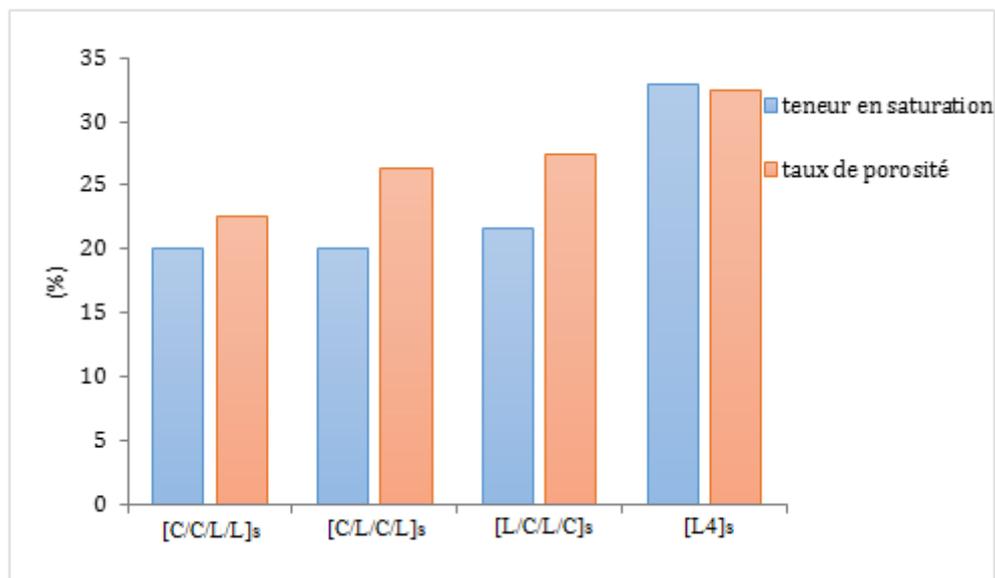
Les valeurs du coefficient de perméabilité  $P$  de différentes séquences d'empilement sont réunies dans le Tableau 21. Il découle des résultats précédents que  $P$  est proportionnel au taux de porosité.

Séquence d'empilement	Taux de porosité (%)	Coefficient de diffusion D (mm <sup>2</sup> .s <sup>-1</sup> )	M <sub>∞</sub> (%)	S	P (mm <sup>2</sup> .s <sup>-1</sup> )
[L4] <sub>s</sub>	32,4	4,72	32,9	0,34	1,53
[L/C/ L/C] <sub>s</sub>	27,77	4,05	21,6	0,21	0,86
[C/L/C/L] <sub>s</sub>	26,34	2,11	20,09	0,2	0,41
[C/C/L/L] <sub>s</sub>	22,52	1,8	19,8	0,19	0,34

**Tableau 21.** Valeurs des coefficients de diffusion, sorption et perméabilité selon les séquences d'empilement

#### 2.4. Analyse des résultats de sorption

Contrairement aux composites renforcés uniquement par des renforts conventionnels où le phénomène de sorption est contrôlé par la matrice, dans les composites renforcées par les fibres de lin, l'absorption est associée à la matrice et aux fibres de lin également dû à leur caractère hydrophile. L'emplacement des plis de lin joue un rôle majeur dans la diffusion et la cinétique d'absorption, de la part de leur caractère hydrophile d'une part ainsi que leur contribution à augmenter le taux de porosité.



**Figure 87.** Taux de porosité et teneur en saturation de chaque séquence d'empilement

Le positionnement des plis de lin influence la teneur en saturation et le coefficient de diffusion et ceci à travers le paramètre taux de porosité ; en fait, l'emplacement des plis de lin à la surface de la plaque favorise la création des porosités et cavités qui représentent des sites potentiels d'absorption d'eau (Figure 87). Dans ce cas, l'absorption est caractérisée par une prise de masse due à la diffusion de l'eau dans les cavités à volume constant ce qui affecte la teneur en saturation ainsi que le coefficient de diffusion  $D$ .

De plus, les fibres de lin, comme toute autre fibre naturelle, sont connues par leur caractère hydrophile ce qui les rend très sensible à l'humidité. L'emplacement des plis de lin à la surface de la structure les expose plus à l'humidité et augmente l'absorption de l'eau (Tableau 21). Dans ce cas, l'absorption de l'eau par les plaques est accompagnée par un gonflement et une augmentation de volume. D'après le Tableau 21, le positionnement des plis de lin au sein de la structure affecte et influence le coefficient de diffusion qui est quasiment doublé lorsqu'un pli de lin est placé en surface. La mise des plis de carbone en surface réduit l'absorption de l'eau, d'une part, par son caractère hydrophobe et, d'autre part, par sa contribution à diminuer le taux de porosité dans la structure. Une analyse de la variance entre le taux de porosité obtenue chez les différentes séquences d'empilement et la teneur en saturation ainsi qu'entre le taux de porosité et le coefficient de diffusion a été établie, cette analyse vient confirmer ces interprétations (Tableau 22).

<i>Paramètres</i>	<i>Taux de porosité</i>	<i>Degré de caractère hydrophile</i>
Teneur en saturation $M_{\infty}$	0,89	0,83
coefficient de diffusion $D$	0,89	0,96

**Tableau 22.** Analyse de la variance entre les différents paramètres

Au vu de ces essais et résultats expérimentaux, il vaut mieux privilégier des plis de carbone à l'extérieur et insérer des plis de lin à l'intérieur afin de réduire le taux d'absorption ce qui freine par la suite le vieillissement hygrothermique de la plaque et permet d'obtenir de meilleures performances mécaniques.

### **3. Caractérisation mécanique des composites hybrides sous traction**

#### **3.1. Résultats expérimentaux des essais de tractions**

Un essai de traction a été effectué sur des éprouvettes avec les séquences d'empilement suivantes :  $[L_4]_s$ ,  $[C/C/L/L]_s$ ,  $[L/C/L/C]_s$  et  $[C/L/C/L]_s$  afin de caractériser le comportement de ces matériaux. Il permet d'accéder aux propriétés élastiques de rigidité et de rupture dans le but de pouvoir comparer et dégager un résultat. Les résultats de ces essais sont illustrés par la Figure 88 et la Figure 90.

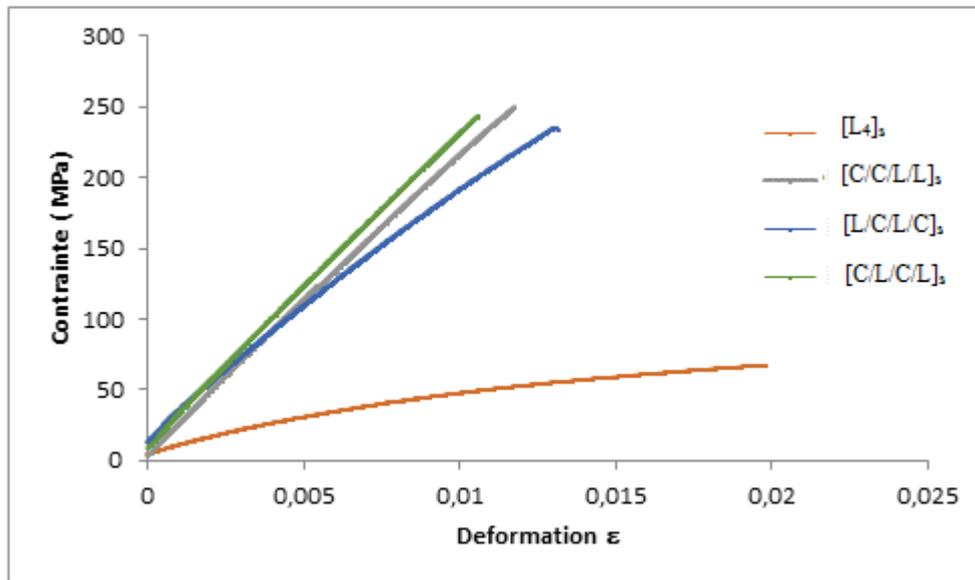


Figure 88. Courbe déformation-contrainte des différents stratifiés hybrides

stratification	$\sigma_{rup}(MPa)$	$E(MPa)$	$\epsilon_{rup}(\%)$
[L4] <sub>s</sub>	68,6±8,7	2823±197	2,14±0,38
[L/C/L/C] <sub>s</sub>	233±31	16732±374	1,3±0,22
[C/L/C/L] <sub>s</sub>	231±28	19703±402	1,06±0,18
[C/C/L/L] <sub>s</sub>	250,3±44	20536±489	1,17±0,13

Tableau 23. Propriétés mécaniques des composites hybrides lin-carbone/époxy

Les courbes déformations-contraintes des stratifiés [C/L/C/L]<sub>s</sub>, [C/C/L/L]<sub>s</sub> et [L/C/L/C]<sub>s</sub> sont quasi-confondues au début jusqu'à un certain seuil de contrainte où la courbe [L/C/L/C]<sub>s</sub> n'est plus linéaire tandis que les deux courbes [C/L/C/L]<sub>s</sub> et [C/C/L/L]<sub>s</sub> continuent de l'être jusqu'à la fin, ce qui montre que le comportement des éprouvettes [C/L/C/L]<sub>s</sub>, [C/C/L/L]<sub>s</sub> est complètement linéaire jusqu'à la rupture tandis que les éprouvettes [L/C/L/C]<sub>s</sub> sont marquées par un domaine plastique qui apparaît à partir d'un certain niveau de chargement. Certaines courbes sont caractérisées par un saut à la fin de la phase élastique. Ce type d'artefacts, d'origine mécanique, est assez courant dans ce type de test, il est dû en général à un rattrapage de jeu dans la chaîne de traction. Pour les éprouvettes 100% lin, la plastification est beaucoup plus rapide et anticipée et la rupture se fait à un niveau de chargement nettement inférieur à celui des autres stratifiés (Figure 88).

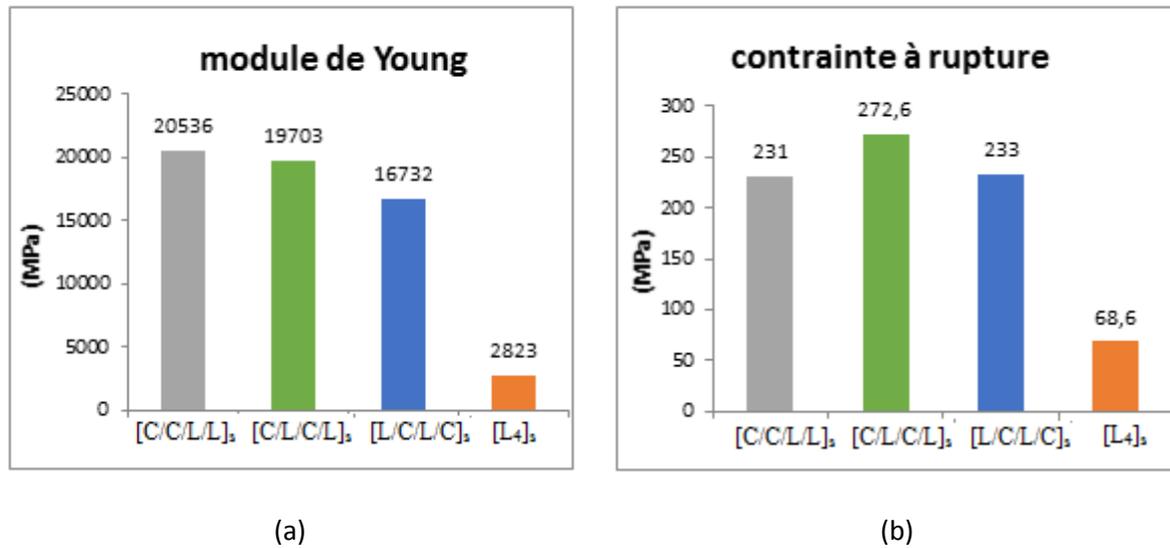


Figure 89. (a) module de Young, (b) contrainte de rupture des différents stratifiés hybrides

### 3.2. Analyse des résultats obtenus

Le constat le plus clair vient de la comparaison des éprouvettes [L4]<sub>s</sub> par rapport aux autres éprouvettes hybrides où une augmentation importante des propriétés mécaniques est observée notamment le module de Young et la contrainte de rupture mais également une diminution de l'allongement à la rupture.

D'après la Figure 7(a), introduire les fibres de carbone dans la structure (50% plis de carbone et 50% plis de lin) augmente son module de Young de presque 6 fois. Par la suite, l'emplacement de plis de carbone dans la structure vient optimiser ce résultat, d'où une amélioration qui dépasse 25% (Figure 7(a)) entre l'empilement [L/C/L/C]<sub>s</sub> et [C/C/L/L]<sub>s</sub>.

En ce qui concerne la contrainte à la rupture, il n'y a pas une réelle différence entre les drapages [L/C/L/C]<sub>s</sub>, [C/C/L/L]<sub>s</sub> et [C/L/C/L]<sub>s</sub> ayant le même taux de fibres ; même en alternant les plis, seule une différence nette est observée avec le drapage [L4]<sub>s</sub> dont la contrainte à la rupture chute jusqu'au tiers par rapport aux autres drapages. On conclut que l'insertion des fibres de carbone dans la structure, peu importe leur position dans la séquence, joue un rôle majeur dans l'optimisation de la contrainte de rupture et que leur emplacement au sein de la structure par la suite n'aura pas par contre de grande influence sur ce paramètre.

À la rupture, le drapage 1[L4]<sub>s</sub> est le meilleur en terme d'allongement, suivi du drapage [L/C/L/C]<sub>s</sub> puis [C/C/L/L]<sub>s</sub> et [C/L/C/L]<sub>s</sub>. Les séquences d'empilement avec 50% de plis en carbone et 50% des

plis en lin ne présentent pas une dispersion et une variation considérable dans l'allongement à la rupture, on peut conclure que c'est le taux de fibres de lin inséré dans la structure qui influence l'allongement à la rupture plus que d'autres facteurs.

#### **4. Conclusion**

L'hybridation montre une amélioration dans les caractéristiques hydriques et mécaniques des composites. Ainsi, introduire des plis en tissu de carbone dans la structure a plusieurs bénéfices mais c'est principalement la position de ces plis qui va par la suite optimiser ces résultats. Favoriser des plis en carbone à la surface présente un effet barrière contre la sorption. Ce résultat est parfaitement illustré par le coefficient de diffusion qui diminue jusqu'à quasiment la moitié lorsqu'un pli de carbone est placé en surface du matériau. De même, pour les essais de traction, introduire les fibres de carbone dans la structure (50% plis de carbone et 50% plis de lin) a augmenté le module de Young de presque 6 fois, l'emplacement de plis de carbone dans la structure vient optimiser ce résultat. Plus les plis de carbone sont proches de la surface, meilleur est le module de Young, et cette amélioration atteint 25% entre l'empilement [L/C/L/C]<sub>s</sub> et [C/C/L/L]<sub>s</sub>. En revanche, cet emplacement affecte négativement l'allongement à la rupture qui diminue. En ce qui concerne la contrainte à rupture, cette dernière dépend du taux de fibres ainsi que du fait de l'insertion des fibres de carbone dans la structure. Ainsi, leur position au sein de la structure n'apporte pas une amélioration significative. C'est suivant l'importance et la dominance de certaines propriétés mécaniques sur d'autres qu'on peut fixer la séquence d'empilement optimale.

## Conclusion générale

Au cours du présent manuscrit, nous avons présenté les résultats de la caractérisation mécanique et hydrique des composites renforcés par des fibres naturelles et/ou conventionnelles. Une étude bibliographique a été nécessaire afin de présenter les fibres de lin et de mettre en évidence les paramètres qui influencent ses propriétés mécaniques à partir des conditions de culture de la plante jusqu'aux traitements chimiques subis par les fibres plus tard et qui servent à assurer leur usage comme renfort dans les matériaux composites. Un état d'art sur la théorie de la sorption d'humidité par les fibres végétales et leurs composites a été introduit. Notamment on a exposé les différents modèles du mécanisme d'absorption qui règne dans ces matériaux ainsi que les paramètres caractéristiques de cette cinétique. Finalement, l'émission acoustique largement utilisée durant cette thèse a été présentée afin de détailler les méthodes de tri des signaux qui permettent l'identification de la signature acoustique des différents modes d'endommagements.

Des essais de traction ont été effectués sur des éprouvettes stratifiées avec un renfort tissé en lin, ces éprouvettes issues de plaques élaborées par la voie du moulage sous vide ont été découpées suivant trois orientations :  $0^\circ$ ,  $90^\circ$  et  $45^\circ$ . Par une analyse de la microstructure, première étape vers la caractérisation mécanique de notre matériau, via un calcul des fractions volumiques des différents constituants de notre matériau (fibre, matrice et porosité), et des analyses réalisées par microscopie électronique de balayage, on a pu mettre en évidence un taux de porosité élevé et estimé en moyenne à 23% et faire l'inventaire des causes susceptibles d'être à l'origine de l'apparition des porosités, essentiellement les causes mécaniques et thermiques ainsi que l'architecture du tissu utilisé qui a accentué la création de porosité. L'essai de traction a permis de déterminer les propriétés mécaniques de notre matériau, ainsi que de comparer ces résultats expérimentaux avec les résultats issus d'un modèle basé sur la loi des mélanges, en introduisant les propriétés mécaniques élémentaires de la matrice et des fils du tissu utilisé comme renfort. Un écart considérable a été trouvé entre les deux valeurs et il atteint jusqu'à 30% pour la rigidité et jusqu'à 50% pour la contrainte à rupture. Cet écart est dû principalement au taux de porosité assez élevé trouvé dans ces matériaux, ainsi qu'aux autres facteurs tels que le processus de fabrication qui génère beaucoup de défauts, une désorientation des fils par rapport à l'axe de sollicitation ou bien un éventuel désalignement des jauges. Un suivi par émission acoustique a accompagné cet essai afin de mettre en évidence les modes d'endommagement

qui apparaissent dans ces matériaux. Ainsi, les données collectées et traitées par le logiciel Noesis ont été distinguées en 3 classes pour les éprouvettes à 0° et 90° et 4 classes pour les éprouvettes à 45°. Ces classes ont été associées aux différents modes d'endommagement en s'appuyant sur les données de la littérature et sur les observations microscopiques.

De même, des essais de flambement ont été effectués sur des éprouvettes à 0°, 90° et 45°. Une présentation analytique du problème a été développée en se basant sur la théorie de poutres stratifiées orthotropes afin d'exprimer la charge critique théorique. L'expression résultante fait intervenir les dimensions géométriques et les propriétés élastiques de notre matériau. Une confrontation entre valeurs issues de l'expérimentation et celles obtenues par calcul théorique a été présentée dans le but de comparer et de mettre en évidence les causes qui ont pu entraîner cette dispersion dans les valeurs. Ainsi, des défauts initiaux semblent être à l'origine de cet écart, principalement le taux de porosité élevé, l'inhomogénéité des échantillons testés, des défauts de rectitude ou bien d'excentricité de la charge. Toutefois, ce n'est pas une tâche aisée de quantifier l'effet de ces défauts. Parallèlement, un suivi par émission acoustique de l'essai de flambement a été effectué. Les données collectées ont été segmentées en classes de signaux, ces classes ont été associées à des modes d'endommagements. Le logiciel Noesis a discrétisé les données des éprouvettes à 0° et 90° en 4 classes et ceux des éprouvettes à 45° en 3 classes. La mise en relation entre ces signaux et les mécanismes sources susceptibles de les avoir créés (fissuration matricielle, décohésion interfaciale, délaminage et autres...) s'est basée sur les données de la littérature et les observations microscopiques.

En comparant les résultats du suivi par émission acoustique pour l'essai de traction et l'essai de flambement, on note que les éprouvettes à 0° et 90° présentent 3 classes pour l'essai de traction contre 4 pour l'essai de flambement. La différence principale réside en l'absence du mécanisme de décohésion fil/matrice qui n'a pas été observé durant l'essai de traction. Par contre, les éprouvettes à 45° présentent 4 classes pour l'essai de traction contre 3 en flambement. Dans ce cas, les mécanismes sont plus différents, on a réussi à identifier pour l'essai de traction, par segmentation des données et en corrélant avec les observations microscopiques, le délaminage et la fissuration inter-fils qui sont absents pour le cas du flambement tandis que la décohésion a été identifiée pour l'essai de flambement contrairement à l'essai de traction. Finalement, les deux essais ne présentent pas les mêmes cadences

d'apparition des phénomènes, c'est l'essai de traction qui l'emporte sur l'essai de flambement, ceci peut être expliqué par la durée de l'essai de flambement qui est plus importante.

Une amélioration des propriétés mécaniques des composites renforcés par du lin a été proposée dans la dernière partie de ce manuscrit et ceci en introduisant des fibres de carbone dans la structure, ce qui permet d'obtenir un composite hybride. Plusieurs séquences d'empilement ont été testées en alternant pli en lin et pli en carbone. Ainsi, des essais de sorption ont mis en évidence l'importance de la position des plis de lin dans la structure pour faire diminuer le coefficient de diffusion et la teneur à saturation. De même, des essais de traction réalisés sur les différentes séquences d'empilement ont confirmé une amélioration des propriétés mécaniques. On en déduit qu'il faut privilégier les plis en carbone à l'extérieur de la structure et les plis en lin à l'intérieur afin d'optimiser les propriétés mécaniques et hydriques de notre matériau.

## Références

- [1] D. Gay. Matériaux composites. Hermès, Paris, 1989.
- [2] E. Jao Jules. Couplages entre propriétés thermiques, réactivité chimique et viscosité des matériaux composites thermodurcissables en relation avec les conditions de leur élaboration fondée sur l'hystérésis diélectrique. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure d'arts et Métiers, 2001.
- [3] A. Kelly, C. Zweben. Comprehensive composite materials: fiber reinforcements and general theory of composites Vol. 1, Elsevier, 2000.
- [4] Consultants N. L'industrie française des matériaux composites. Rapport final de l'étude pour le compte de la DiGITIP / SIM .17 décembre 2001.
- [5] Le plastique armé : application au matériel tubulaire. Technip édition: Chambre syndicale de la recherche et de la production du pétrole et du gaz naturel, 1986.
- [6] A. Ridruejo, C. Gonzalez, J. Llorca. Damage micromechanisms and notch sensitivity of glass-fiber non-woven felts: An experimental and numerical study. Journal of the Mechanics and Physics of Solids. Vol. 58, pp. 1628–1645, 2010.
- [7] S. Blassiau. Modélisation des phénomènes microstructuraux au sein d'un composite unidirectionnel carbone/époxy et prédiction de durée de vie : contrôle et qualification de réservoirs bobines. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2005.
- [8] D. Iiescu. Approches expérimentale et numérique de l'usinage à sec des composites carbone/époxy. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, 2008.
- [9] [insee.fr/sessi](http://insee.fr/sessi).
- [10] T. Corbière-Nicollier, B. Gfeller Laban, L. Lundquist, Y. Leterrier, J.A.E Manson, O. Jolliet. Life cycle assessment of biofibres replacing glass fibres as reinforcement in plastics. Resources, Conservation and Recycling. Vol. 33, pp. 267-287, 2001.
- [11] A. Le Duigou, P. Davies, C. Baley. Interfacial bonding of Flax fibre/Poly (L-lactide) bio-composites. Composites Science and Technology. Vol. 70, pp. 231-239, 2010.
- [12] A. Thuault. Approche multi-échelle de la structure et du comportement mécanique de la fibre de lin. Thèse de doctorat, Université de Caen Basse Normandie, 2011.
- [13] K. Oksman, A.P. Mathew, R. Langstrom, R. Nystrom, K. Joseph. The influence of fibre microstructure on fibre breakage and mechanical properties of natural fibre reinforced polypropylene. Composites Science and Technology. Vol. 69, pp. 1847-1853, 2009.
- [14] C.A. Farnfield, P.J. Alvey, editors. Textile terms and definitions. 7th ed. Manchester: The Textile Institute. ISBN: 0-900739-17-7, 1975
- [15] S. Shinoj, R. Visvanathan, S. Panigrahi. Towards industrial utilization of oil palm fibre: Physical and dielectric characterization of linear low density polyethylene Composites and comparison with other fibre sources. Biosystems engineering. Vol. 106, pp. 378-388, 2010.

- [16] C. Baley. Propriétés des fibres extraites de phanérogames marines (*zostera marina*). Renforcement des polymères par des fibres végétales, journée scientifique technique-AMAC, Vol.16, pp. 25-40, 2006.
- [17] Auto body made of plastics resists denting under hard blows. *Pop Mech.* Vol. 76, N°7, 1941.
- [18] A. Ashori. Review paper woodplastic composites as promising green-composites for automotive industries *Bioresource Technology.* Vol. 99, pp. 4661-4667, 2008.
- [19] P. A. Jauneau, F. Bert, C. Rihouey, C. Morvan. Les traitements biologiques du lin, Vol. 167, pp. 34-37, 1997.
- [20] C. Baley. Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase. *Composites Part A.* Vol. 33, pp. 939-948, 2002.
- [21] C. Baley. Contribution à l'étude de matériaux composites à matrice organique renforcés par des fibres de lin, Rapport HDR, Université de Bretagne Sud, 2003.
- [22] P.S. Mukherjee, K.G. Satyanarayana, An empirical evaluation of structure property relationships in natural fibres and their fracture Behaviour, *Journal of Materials Science.* Vol. 21, pp. 4162-4168, 1986.
- [23] K. Charlet, J.P. Jernot, M. Gomina., J. Bréard, C. Morvan, C. Baley. Influence of an Agatha flax fibre location in a stem on its mechanical, chemical and morphological properties. *Composites Science and Technology.* Vol. 69, pp.1399-1403, 2009.
- [24] F. Destaing, Contribution à l'étude du comportement mécanique de matériaux composites biosourcés lin/PA11 élaborés, Thèse de doctorat, Université de Caen, 2012.
- [25] K. Charlet, J.P. Jernot, J. Bréard, M. Gomina. Scattering of morphological and mechanical properties of flax fibres. *Industrial Crops and Products.* Vol. 32, pp. 220-224, 2010.
- [26] A. Bourmaud, C. Baley. Rigidity analysis of polypropylene/vegetal fibre composites after recycling. *Polymer Degradation and Stability.* Vol. 94, pp. 297-305, 2009.
- [27] J. Andersons, E. Porike, E. Sparnīš. The effect of mechanical defects on the strength distribution of elementary flax fibres. *Composites Science and Technology.* Vol. 69, pp. 2152-2157, 2009.
- [28] K. Charlet. Contribution à l'étude de composites unidirectionnels renforcés par des fibres de lin: relation entre la microstructure de la fibre et ses propriétés mécaniques. Thèse de doctorat, Université de Caen Basse Normandie, 2008.
- [29] Q. Liu, M. Hughes. The fracture behaviour and toughness of woven flax fibre reinforced epoxy composites. *Composites: Part A.* Vol. 39, pp. 1644-1652, 2008.
- [30] R.H. Newman. Auto-accelerative water damage in an epoxy composite reinforced with plain-weave flax fabric. *Composites: Part A.* Vol. 40, pp. 1615-1620, 2009.
- [31] E. Bodros, I. Pillin, N. Montrelay, C. Baley. Could biopolymers reinforced by randomly scattered flax fibre be used in structural applications? *Composites Science and Technology.* Vol. 67, pp. 462-470, 2007.
- [32] B. Bax, J. Mussig. Impact and tensile properties of PLA/Cordenka and PLA/flax composites. *Composites Science and Technology.* Vol. 68, pp. 1601-1607, 2008.

- [33] S. Wong, R.A. Shanks, A. Hodzic. Effect of additives on the interfacial strength of poly L-lactic acid and poly 3-hydroxy butyric acid-flax fibre composites. *Composites Science and Technology*. Vol. 67, pp. 2478-2484, 2007.
- [34] S. Alix, S. Marais, C. Morvan, L. Lebrun. Biocomposite materials from flax plants: Preparation and properties. *Composites: Part A*. Vol. 39, pp. 1793–1801, 2008.
- [35] M. Assarar, M. Scida, A.E. Mahi, C. Poilâne, R. Ayad. Influence of water ageing on mechanical properties and damage events of two reinforced composite materials: flax fibres and glass fibres. *Materials and Design*. Vol. 32, pp. 788-795, 2011.
- [36] A. Arbelaiz, B. Fernandez, A. Valea, Mondragon I. Mechanical properties of short flax fibre bundle/poly(3-caprolactone) composites: Influence of matrix modification and fibre content. *Carbohydrate Polymers*. Vol. 64, pp. 224-232, 2006.
- [37] G. Cicala, G. Cristaldi, G. Recca, G. Ziegmann, A. El-Sabbagh, M. Dickert. Properties and performances of various hybrid glass/natural fibre composites for curved pipes. *Materials and Design*. Vol. 30, pp. 2538-2542, 2009.
- [38] G.D. Bella, V. Fiore, A. Valenza. Effect of areal weight and chemical treatment on the mechanical properties of bidirectional flax fabrics reinforced composites. *Materials and Design*. Vol. 31, pp. 4098-4103, 2010.
- [39] P.B. Gning, S. Liang, L. Guillaumat, W.J. Pui. Influence of process and test parameters on the mechanical properties of flax/epoxy composites using response surface methodology. *Journal of Material Science*. Vol. 46, pp. 6801-6811, 2011.
- [40] I. Van de Weyenberg, T. Chi Truong, B. Vangrimde, I. Verpoest. Improving the properties of UD flax fibre reinforced composites by applying an alkaline fibre treatment. *Composites: Part A*. Vol. 37, pp. 1368-1376, 2006.
- [41] C. Baley, F. Busnel, Y. Grohens, O. Sire. Influence of chemical treatments on surface properties and adhesion of flax fibre–polyester resin. *Composites: Part A*. Vol. 37, pp. 1626-1637, 2006.
- [42] A.H. Sharifah, P.A. Martin. 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, pp. 1219-1230, 2004.
- [43] M.J. John, R.D. Anandjiwala. Chemical modification of flax reinforced polypropylene composites. *Composites: Part A*. Vol. 40, pp. 442-448, 2009.
- [44] Z. Cherif, C. Poilâne, T. Falher, A. Vivet, N. Ouail, B. Ben Doudou, J. Chen. Influence of textile treatment on mechanical and sorption properties of flax/epoxy composites, *Polymer composite*, Vol.34, pp.1761-1773, 2013.
- [45] L. Yan, N. Chouw, X. Yuan. Improving the mechanical properties of natural fibre fabric reinforced epoxy composites by alkali treatment. *Journal of reinforced plastics and composites*. Vol.32, pp. 425-437, 2012.
- [46] A. Arbelaiz, B. Fernandez, A. Valea, I. Mondragon. Mechanical properties of short flax fibre bundle/poly(3-caprolactone) composites: Influence of matrix modification and fibre content. *Carbohydrate Polymers*. Vol. 64, pp. 224–232, 2006.

- [47] F. Vilaseca, A. Lo Pez, X. Llauro, M.A. Pelach, P. Mutje. Hemp strands as reinforcement of polydytrene composite. *Chemical Engineering Research and Design*. Vol. 82, pp. 1425-1431, 2004.
- [48] Y. Li, K.L. Pickering, R.L. Farrell. Analysis of green hemp fibre reinforced composites using bag retting and white rot fungal treatments. *Industrial crops and products*. Vol. 29, pp. 420-426, 2009.
- [49] U. Kureemun, M. Ravandi, L.Q.N. Tran, W.S. Teo , T.E. Tay, H.P. Lee. Effects of hybridization and hybrid fibre dispersion on the mechanical properties of woven flax-carbon epoxy at low carbon fibre volume fractions. *Composites : Part B*, pp. 28-38, 2018.
- [50] S. El Hadi, D. Scida, M. Assarar, H. Sabhi, R. Ayad. Composite hybride lin-verre : effet de l'hybridation sur la cinétique de diffusion et les propriétés mécaniques en traction. *Comptes Rendus des JNC 20 – Ecole des Ponts ParisTech* 28-30 juin, 2017
- [51] J.M. Berthelot, *Matériaux composites-Comportement mécanique et analyse des structures*, 3ème édition. Paris Editions Tech. & Doc., 1999.
- [52] J. Payan. Etude du comportement de composites stratifiés sous chargement statique et de fatigue. Thèse de doctorat, Université d'Aix-Marseille II, 2004.
- [53] R. Talreja. Assessment of the fundamentals of failure theories for composite materials. *Composites Science and Technology*. Vol. 105, pp. 190-201, 2014.
- [54] S. Masmoudi. Comportement mécanique et caractérisation par implant piézoélectrique ultrasonore intégré d'un matériau composite. Thèse de doctorat, Université du Maine, Université de Sfax, 2013.
- [55] C.A.H. Sawadogo. Comportement en fatigue des composites monolithiques et sandwiches : détection et suivi de l'endommagement par techniques non destructives. Thèse de doctorat, Université de Lille 1, 2009.
- [56] S. Baste, R. El Bouazzaoui. Cracking orientation and induced anisotropy of a ceramic matrix composite under off-axis loading. *Journal of Materials Science*. Vol. 31, pp. 1575-1584, 1996.
- [57] C. Gruescu. Approche par changement d'échelle de l'endommagement des matériaux anisotropes : Application aux composites à matrice fragile. Thèse de doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille, 2004.
- [58] M. Kempf, O. Skrabala, V. Altstadt. Acoustic emission analysis for characterisation of damage mechanisms in fibre reinforced thermosetting polyurethane and epoxy. *Composites: Part B*. Vol. 56, pp. 477–483, 2014.
- [59] H.S.T. Wu, G.S. Springer. Measurements of matrix cracking and delamination caused by impact on composite plates. *Composite Materials*. Vol. 22, pp. 518–532, 1988.
- [60] W.E. Mortan, J.W.S. Hearle. *Physical properties of textile fibers*, Manchester. The textile institute, 1975.
- [61] C. Baley. Analysis of the flax fibres tensile behavior and analysis of the tensile stiffness increase. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Vol.33, pp. 939-948, 2002.
- [62] P. Navi, F. Heger. *Comportement thermo-hydromécanique du bois*, Lausanne, presses polytechniques universitaires romandes, 2005.
- [63] J. Comyn. *Polymer permeability*, London, Chapman &Hall, 1985.

- [64] Q. Lin, X. Zhou, G. Dai. Effect of hydrothermal environment on moisture absorption and mechanical properties of wood flourfilled polypropylene composites, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol.85, pp.2824-2832, 2002
- [65] A. Espert, F. Vilaplana, S. Karlsson. Comparaison of water absorption in natural cellulosic fibres from wood and one-year crops in polypropylene composites and its influence on their mechanical properties, composites part A: *Applied Science and Manufacturing*, Vol. 35, pp.1267-1276, 2004.
- [66] L.H. Sperling. *Introduction to physical polymer science*, Chapitre 4, New Jersey, Wiley-Interscience Publications, Vol. 18, pp.145-195, 2006.
- [67] M.S. Sreekala, M.G. Kumaran, S. Thomas. Water sorption in oil palm fiber reinforced phenol formaldehyde composites. *Composites Part A: Applied Science and manufacturing*, Vol. 33, pp.763-777, 2002.
- [68] P.V. Joseph, M.S. Rabello, L.H.C. Mattoso, K. Joseph, S. Thomas. Environmental effects on the degradation behavior of sisal fibre reinforced polypropylene composites, *Composite science and technology*, Vol. 62, pp. 1357-1372, 2002.
- [69] P.A. Sreekumar, S.P. Thomas, J.M. Saiter, J. Kuruvilla, G. Unnikrishnan, S.Thomas. Effect of fiber surface modification on the mechanical and water absorption characteristics of sisal/polyester composites fabricated by resin transfer molding. *Composites part A: Applied science and manufacturing*, Vol. 41, pp.1777-1784, 2009.
- [70] J. Cranck. *The mathematics of diffusion*, Oxford, Clarendon press, 1975.
- [71] G.S. Springer, C.H. Shen. *Environmental effects on composites materials*, Lancaster, Technomic publishing Co, 1981.
- [72] C.H. Shen, G.S. Springer. Moisture absorption and desorption of composite materials, *Journal of composite Materials*, Vol. 10, pp. 2-20, 1976.
- [73] B. Dewimille, A.R. Bunsell. The modelling of hygrothermal aging in glass fiber reinforced epoxy composites, *journal of physics D*, Vol.15, pp. 2079-2091, 1982.
- [74] J.M. Augel, A. E. Berger. *The effect of moisture on carbon fiber reinforced epoxy. I. Diffusion*, Maryland, Silver Spring, 1976.
- [75] C. Maggana, P. Pissis. Water absorption and diffusion studies in an epoxy resin system, *Journal of polymer Science*, Vol. 37, pp. 1165-1982, 1999
- [76] V.A. Alvarez, A.N. Fraga, A. Vasquez. Effects of the moisture and fiber content on the mechanical properties of biodegradable polymer-sisal fiber biocomposites, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 91, pp. 4007-4015, 2004.
- [77] M. Assarrar, D. Scida, A. El Mahi, C. Poilâne, R. Ayad. Influence of water ageing on mechanical properties and damage events of two reinforced composite materials: flax fibers and glass-fibres, *Materials and design*, Vol.32, pp.788-795, 2011.
- [78] H.N. Dhakal, Z.Y. Zhang, M. Richardson. Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites, *Composite science and technology*, pp.1674-1683, 2007.

- [79] A.C. Loos, G.S. Springer. Moisture absorption of graphite-epoxy composites immersed in liquids and in humid air, *Journal of composites Materials*, pp. 131-147, 1979.
- [80] Z. Pawel, F. Per. Properties of cellulose-polyester composites, *polymer composites*, pp.170-175, 1986.
- [81] S. Mishra, J.B. Naik, Y.P. Patil. The compatibilising effect of maleic anhydride on swelling and mechanical properties of plant fiber reinforced novolac composites, *composites science and technology*, Vol. 60, pp. 1729-1735, 2000.
- [82] A. Arbelaiz, B. Fernandez, J.A Ramos, A. Retegi, R. Llano-Ponte, I. Mondragon. Mechanical properties of short flax-fibre bundle/polypropylene composites: influence of matrix/fibre modification, fibre content, water uptake and recycling. *Composite science and technology*, Vol. 65, pp.1582-1592, 2005.
- [83] A.C. Albuquerque, K. Joseph, L.H. De Carvalho, J.R.M. De Almeida. Effect of wettability and ageing conditions on the physical and mechanical properties of uniaxially oriented jute roving reinforced polyester composites, *Composite science and technology*, Vol. 60, pp. 833-844, 2000
- [84] B.D. Agarwal, I.J. Broutman. *Analysis and performance of fibre composites*, Chapitre 7, New York, John Wiley, 1980.
- [85] H. Chen, M. Miao, X. Ding. Influence of moisture absorption on the interfacial strength bamboo/vinylester composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Vol. 40, pp. 2013-2019, 2009.
- [86] M.A. Hazizan, W.C. Leong, Z.A. Mohd Ishak, A. Abu Bakar, M.A. Abd Rahman. Water absorption study on pultruded jute fibre reinforced unsaturated polyester composites, *Composites science and technology*, Vol. 69, pp. 1942-1948, 2009.
- [87] *Essais non destructifs. L'émission acoustique, mise en œuvre et applications*, 1988.
- [88] M. Perrin. *Etude et caractérisation par émission acoustique et mesures électrochimiques de la fragilisation par l'hydrogène des câbles de précontrainte. Application aux ouvrages d'art. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon*, 2009.
- [89] J. Roget. *Essais non destructif par émission acoustique. Mise en œuvre et application. Collection AFNOR-CETIM, CETIM Centre technique des industries mécaniques*, 1988.
- [90] P. Fleischmann, *Etude par émission acoustique des propriétés dynamiques des dislocations. Application à la déformation plastique de l'aluminium, Thèse de doctorat, INSA de Lyon*, 1979.
- [91] NF A 09/350 07 /84, *vocabulaire utilisé en émission acoustique, Association Française de normalisation (AFNOR)*
- [92] K. Ono. Trends of recent acoustic emission literature. *Journal of Acoustic Emission*, Vol. 12, pp. 177–198, 1994.
- [93] S.C. Woo, N.S. Choi. Analysis of fracture process in single-edge-notched laminated composites based on the high amplitude acoustic emission events. *Composites Science and Technology*, Vol. 67, pp. 1451–1458, 2007.
- [94] M. Giordano, A. Calabro, C. Esposito, A. D'Amore, L. Nicolas. An acoustic-emission characterization of the failure modes in polymer-composite materials. *Composites Science and Technology*, Vol. 58, pp. 1923–1928, 1998.

- [95] C. Ramirez-Jimenez, N. Papadakis, N. Reynolds. Identification of failure modes in glass/polypropylene composites by means of the primary frequency content of the acoustic emission events. *Composites Science and Technology*, Vol. 64, pp.819-827, 2004.
- [96] J. Bohse. Damage analysis of polymer matrix composites by acoustic emission testing, *Proc. Of European WG on AE*, Berlin, pp. 339-48, 2004.
- [97] S. Barré, M.L. Benzeggagh. On the use of acoustic emission to investigate damage mechanisms in glass-fiber reinforced polypropylene. *Composites Science and Technology*, Vol.52, pp.369-376, 1994.
- [98] N. Ativitavas, T. Fowler, T. Pothisiri. Acoustic emission characteristics of pultruded fiber reinforced plastics under uniaxial tensile stress, *Proceedings of European WG on AE*, Berlin, pp.447-454, 2004.
- [99] M. Johnson. Waveform based clustering and classification of AE transients in composite laminates using principal component analysis. *NDT&E International*, Vol. 35, pp.367-376, 2002.
- [100] P.J. De Groot, P.A. Wijnen, R.B.F. Janssen. Real time frequency determination of acoustic for different fracture mechanisms in carbon/epoxy composites, *Composites Sciences and Technology*, Vol. 55, pp 405-412, 1995.
- [101] M.L. Benzeggagh, S. Barre, B. Echalié, R. Jacquemet. Etude de l'endommagement de matériaux composites à fibres courtes et à matrice thermoplastique. *AMAC Journées Nationales Composites*, Vol. 8, pp.703-714, 1992.
- [102] O. Chen, P. Karandikar, N. Takeda, T. Kishi. Acoustic emission characterization of a glass-matrix composite. *Non destructive Testing and Evaluation*, Vol.8-9, pp.869-878, 1992
- [103] H.Y. Kim, W. Hwang. Effect of debonding on natural frequencies and frequency responses functions of honey sandwich beams. *Composite structures*, 1994.
- [104] G. Kotsikos, J.T. Evans, A.G. Gibson, J. Hale. Use of acoustic emission to characterize corrosion fatigue damage accumulation in glass fibre reinforced polyester laminates. *Polymer Composites*, Vol. 20, pp.689-696, 1999.
- [105] O. Ceysson, M. Salvia, L. Vincent. Damage mechanisms characterization of carbon fibre/epoxy composite laminates by both electrical resistance measurements and acoustic emission analysis. *Scripta Materialia*, Vol. 34, pp.1273-1280, 1996.
- [106] J. Karger-Kocsis, T. Harmiaa, T. Czigany. Comparison of the fracture and failure behavior of polypropylene composites reinforced by long glass fibers and by glass mats. *Composites Science and Technology*, Vol. 54, pp.287-298, 1995.
- [107] G. Kotsikos, J. T. Evans, A. G. Gibson, J. Hale. Use of acoustic emission to characterize corrosion fatigue damage accumulation in glass fiber reinforced polyester laminates. *Polymer Composites*, Vol. 20, pp.689-696, 1996.
- [108] S.E. Hamdi. Contribution au traitement du signal pour le contrôle de santé in situ de structures composites : application au suivi de température et à l'analyse des signaux d'émission acoustique, Thèse de doctorat de l'université du Maine, 2012.

- [109] M. Giordano, A. Calabro, C. Esposito, A. D. Amore, L. Nicolas. An Acoustic-Emission characterization of the failure modes in polymer-composite materials. *Composites Science and Technology*, Vol. 58, pp.1923–1928, 1998.
- [110] C. R. Ramirez-Jimenez, N. Papadakis, N. Reynolds, T.H. Gan, P. Purnell, M. Pharaoh. Identification of failure modes in glass/polypropylene composites by means of the primary frequency content of the acoustic emission event. *Composites Science and Technology*, Vol. 64, pp.1819–1827, 2004.
- [111] K. Komai, K. Minoshima, T. Shibutani. Investigations of the fracture mechanism of carbon/epoxy composites by AE signal analyses. *JSME Int*, 1991.
- [112] P. J. De Groot, P. Wijnen, R. Janssen. Real time frequency determination of acoustic emission for different fracture mechanisms in carbon/epoxy composites. *Composites Science and Technology*, Vol. 55, pp.405–412, 1995.
- [113] T. Uenoya. Acoustic emission analysis on interfacial fracture of laminated fabric polymer matrix composites. *Journal of Acoustic Emission*, Vol. 13, pp.95–102, 1995.
- [114] N. Ativitavas, T. Fowler, T. Pothisiri. Acoustic emission characteristics of pultruded fiber reinforced plastics under uniaxial tensile stress, *Proceedings of European WG on AE*, Berlin, pp.447-454, 2004
- [115] H.Y. Chou, H. Zejli, A. Thionnet, A. Bunsell, A. Mouritz, M. Bannister. Détection et discrimination par émission acoustique des endommagements dans les composites. *Comparaison expérience modélisation, Comptes Rendus des JNC17 – Poitiers*, 2011
- [116] R. El Guerjouma, J.C. Baboux, D. Ducret, N. Godin, P. Guy, S. Huguet, Y. Jayet, T. Monnier. Nondestructive evaluation of damage and failure of fiber reinforced polymer composites using ultrasonic waves and acoustic emission. *Advanced Engineering Materials*, Vol.3, pp.601–608, 2001.
- [117] A. Marec, J.H. Thomas, 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, pp.1441–1464, 2008.
- [118] A. Marec, J.H. Thomas, R. El Guerjouma. Investigation of damage mechanisms of composite materials: multivariable analysis based on temporal and wavelet features extracted from acoustic emission signals, *Proceedings of CFA Acoustics'08*, Paris, pp. 597–601, 2008.
- [119] S. Huguet, N. Godin, R. Gaertnera, L. Salmonb, D. Villardb, Use of acoustic emission to identify damage modes in glass fibre reinforced polyester. *Composites Science and Technology*, Vol. 62, pp.1433–1444, 2002.
- [120] T. Kohonen, Self-organized network. *Proceedings of the IEEE*, Vol.43: pp. 59–69, 1990.
- [121] A. Likas, N. Vlassis, J. Verbeek, The global k-means clustering algorithm. *Pattern Recognition*. pp. 451–461, 2003.
- [122] Y. Ledru, Etude de la porosité dans les matériaux composites stratifiés aéronautiques, université de Toulouse, 2009.
- [123] Z. Cherif, C. Poilane, T. Falher, A. Vivet, N. Ouail, B. Ben Doudou, Chen J. Influence of Textile Treatment on Mechanical and Sorption Properties of Flax/Epoxy Composites. *Polymer composites*. Vol. 34, pp.1761-1773, 2013

- [124] J. M. Berthelot. Composites materials: Mechanical behavior and structural analysis, Springer-Verlag, New-York, 1999.
- [125] C. Baley. Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites, Techniques de l'Ingénieur, AM 5130, pp12, 2004.
- [126] C. Bonnafous. Analyse multi-échelle des mécanismes d'endommagement de composites chanvre/époxy à renforts tissés. Caractérisation de l'interface fibre/matrice. PhD Thesis, Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, Poitiers, 2010.
- [127] F.R. Cichocki, J.L. Thomason. Thermoelastic anisotropy of a natural fiber, Composite Science and technology, pp. 669-678, 2002.
- [128] N.C.W. Judd, W.W. Wright. Voids and their effects on the mechanical properties of composites-an appraisal, SAMPE Journal, pp. 10-14, 1978.
- [129] J. Varna, R. Joffe, L.A. Berglund. Effect of voids on failure mechanisms in RTM laminates, Composites Science and Technology, pp. 241-249, 1995.
- [130] B. Madsen, H. Lilholt. Physical and mechanical properties of unidirectional plant fibre composites- an evaluation of the influence of porosity, Composite Science and Technology, pp. 1265-1272, 2003.
- [131] H. Tofttegaard, H. Lilholt. Effective stiffness and strength of flax fibres derived from short fibre laminates, Proceedings of the 23rd international Symposium on Materials Science, Roskilde, pp. 325-334, 2002.
- [132] A. Thygesen, A.B. Thomsen, G. Daniel, H. Lilholt. Comparaison of composites made from fungal defibrated hemp with composites of traditional hemp yarn, Industrial Crops and Products, pp. 147-159, 2007.
- [133] B. Harris. The mechanical behaviour of composite materials, Symposia of the society for experimental Biology, Cmbridge, Cambridge University Press, pp. 37-73, 1980.
- [134] D.Hull, T.W. Clyne. An introduction to composite Materials, Cambridge, Cambridge University Press, 1996.
- [135] 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 doctorat, INSA de Lyon, 2002.
- [136] D. L. Davies, D.W. Bouldin. A cluster separation measure. IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence, pp. 224-27, 1979.
- [137] A. Monti. Elaboration et caractérisation mécanique d'une structure composite sandwich à base de constituants naturels, thèse de doctorat, université du Maine, 2016.
- [138] J. M. Berthelot. Matériaux composites : comportement mécanique et analyse des structures. Tec &Toc editions, pp. 283-301, 1999
- [139] S. Fischer, I. Roman, H. Harel, G. Maron, M.D. Wagner. Simultaneous Determination of Shear and Yang's Moduli in composites. Journal of Testing and Evaluation, Vol. 9, pp. 303-307, 1981
- [140] I. Khallel. Analyse mécanique de l'essai de flexion par flambement postcritique, thèse de doctorat, école centrale de Lyon, 1999.