

Caractérisation mécanique et suivi par émission acoustique des mécanismes d'endommagement des composites à fibres hybrides lin/carbone

Mariem Ben Ameur

► To cite this version:

Mariem Ben Ameur. Caractérisation mécanique et suivi par émission acoustique des mécanismes d'endommagement des composites à fibres hybrides lin/carbone. Acoustique [physics.class-ph]. Le Mans Université; École nationale d'ingénieurs de Sfax (Tunisie), 2019. Français. NNT: 2019LEMA1039. tel-02886773

HAL Id: tel-02886773 https://theses.hal.science/tel-02886773

Submitted on 1 Jul2020

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







THESE DE DOCTORAT DE

LE MANS UNIVERSITE

COMUE UNIVERSITE BRETAGNE LOIRE ECOLE DOCTORALE N° 602 Sciences pour l'Ingénieur Spécialité : « Acoustique »

EΤ

ECOLE NATIONALE D'INGENIEURS DE SFAX Sciences pour l'Ingénieur Spécialité : « Mécanique »

Par

« Mariem BEN AMEUR »

« Caractérisation mécanique et suivi par émission acoustique des mécanismes d'endommagement des composites à fibres hybrides lin/carbone »

Thèse présentée et soutenue à « Sfax », le « 14 Décembre 2019 » Unité de recherche : Laboratoire d'Acoustique de l'Université de Maine (LAUM) et Laboratoire de Mécanique, Modélisation et Productique (La2MP) Thèse N° : 2019LEMA1039

Rapporteurs avant soutenance :

Mustapha AssararMaître de conférences HDR - IUT TroyesChokri BouraouiMaître de conférences - ENISO, LMS

Composition du Jury :

Président :	Lassaad Walha	Professeur des universités - ENIS, LA2MP
Examinateur :	Elhem Ghorbel	Professeur des universités - IUT Cergy Pontoise
Invités :	Anas Bouguecha	Professeur des universités - ENIGA, LA2MP
	ZouhaierJendli	Maître de conférences - Laval, ESTACA
	Ali Akrout	Professeur des universités - ENIT, LA2MP
Dir. de thèse :	Abderrahim El Mahi	Professeur des universités - IUT Le Mans, LAUM
Co-dir. de thèse :	Jean-Luc Rebiere	Maître de conférences HDR - IUT Le Mans, LAUM
Co-encadrant :	Moez Abdennadher	Professeur des universités - IPEIS, LA2MP

Mes pensées s'adressent à ma chère mère et à l'âme de mon cher père qui vient de nous quitter, pour leurs soutiens et leurs encouragement tout au long de mes études. A tous les membres de ma famille et tous mes amis, Je dédie le fruit de tant de dévouements et de sacrifices...

Remerciements

La rédaction de ces remerciements marque la fin de ce travail de thèse, effectué à l'Institut Universitaire de Technologie du Mans au sein du Laboratoire d'Acoustique de l'Université du Mans (LAUM) de Le Mans Université et à l'Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax au sein du laboratoire de Mécanique, Modélisation et Productique (LA2MP) de l'Université de Sfax dans le cadre d'une collaboration de cotutelle. J'en profite donc à associer au succès de ce travail et remercier toutes les personnes qui ont contribué à la bonne conduite de cette thèse.

Tout d'abord, je voudrais exprimer ma profonde gratitude à mes directeurs de thèse côté français, M. Abderrahim EL MAHI et M. Jean-Luc REBIERE pour leurs soutiens continu, leurs qualités d'encadrement et leurs conseils avisés tout au long de ma thèse.

Mes plus vifs remerciements vont également à mes directeurs de thèse coté tunisien, M. Moez ABDENNADHER, M. Moez BEYAOUI et M. Mohamed HADDAR pour leurs encouragements, leurs disponibilités et leurs intérêts pour contribuer à l'aboutissement de ce travail.

J'adresse mes remerciements à M. Lassaad WALHA pour avoir eu l'amabilité de présider ce jury. J'adresse mes remerciements à M. Mustapha ASSARAR et M. Chokri BOURAOUI pour avoir accepté de rapporter cette thèse. De même, je remercie vivement Mme. Elhem GHORBEL, M. Anas BOUGUECHA, M. Zouhaier JENDLI et M. Ali AKROUT pour l'intérêt et l'honneur qu'ils ont porté en acceptant d'examiner ce travail.

Je tiens aussi à citer certaines personnes ayant contribué de près ou de loin aux travaux réalisés et au bon déroulement de ces trois années. Tout d'abord Hajer Daoud, docteur du LAUM, pour son aide au début de la thèse. J'adresse aussi mes remerciements à Isabelle GIMENEZ, membre du Centre de Transfert de Technologie du Mans (CTTM), pour m'avoir permis de réaliser des observations au microscope électronique à balayage au CTTM. Un grand merci aussi à tous mes collègues du LAUM, Malloum, Mondher, Khawla et Sami, qui m'auront maintes fois aidé et conseillé.

Mes remerciements vont également à tous mes collègues de LA2MP avec qui j'ai eu un plaisir de travailler, et qui ont souvent été de bon conseil et d'une aide précieuse.

Je remercie aussi les techniciens du département GMP pour avoir supporté les activités au laboratoire composite au sein de l'atelier, ainsi que pour tous les dépannages et conseils qu'ils ont pu apporter.

Mes derniers remerciements vont à l'endroit de tous les membres de ma famille et tous mes amis qui n'ont cessé de me soutenir et surtout de m'encourager dans tout ce que j'ai entrepris.

Résumé

Durant ces dernières années, l'intérêt aux préoccupations écologiques et environnementales a entraîné le développement progressif des éco-composites comme une alternative à certains matériaux classiques. Dans ce cadre, l'utilisation de fibres naturelles comme renfort permet d'améliorer les performances environnementales des matériaux composites ainsi que leurs propriétés d'amortissement. Néanmoins, ces composites à fibres naturelles présentent des performances mécaniques moins intéressantes que celles des composites à fibres synthétiques. En s'insérant dans ce contexte, cette étude propose d'élaborer des structures composites à renfort hybrides constituées d'une résine époxyde associée à des fibres de lin et de carbone. L'objectif de cette hybridation est de trouver un compromis entre les caractéristiques mécaniques et les propriétés dissipatives. Tout d'abord, le comportement en statique des composites à fibres de lin, fibres de carbone et fibres hybrides lin/carbone a été analysé. Les caractéristiques élastiques principales d'un pli UD en contraintes planes sont ainsi déterminées. Par ailleurs, un suivi et une analyse des mécanismes d'endommagement ont été effectués au moyen de la technique d'émission acoustique associée à des observations micrographiques. Les mécanismes d'endommagement de chaque matériau sont identifiés et caractérisés en utilisant une analyse multiparamétrique (k-moyennes) des signaux collectés. La dynamique de chaque mécanisme est suivie jusqu'à la rupture permettant de discriminer les mécanismes les plus critiques conduisant à la rupture des composites étudiés. Dans un souci de mieux répondre aux besoins industriels, le comportement des composites soumis aux essais de fatigue cyclique doit être étudié. Pour ce faire, le comportement en fatigue de ces matériaux à renforts non-hybrides et hybrides a été analysé sous sollicitations de traction et de flexion trois points. Certaines propriétés dynamiques de ces matériaux ont été exploitées, notamment, les cycles d'hystérésis, l'énergie dissipée, l'amortissement afin de discuter leur durabilité. L'influence de l'hybridation sur la durée de vie en fatigue de ces composites a été établie et a permis de construire les courbes d'endurance. Enfin, une étude expérimentale et une modélisation par élément finis du comportement vibratoire des composites non-hybrides et hybrides ont été réalisées. L'ensemble des propriétés déterminées ont été comparées afin d'identifier les performances de chaque matériau. Ainsi, le rôle des différentes fibres, l'orientation des fibres, l'hybridation et les différentes séquences d'empilement dans l'amortissement global en vibrations ont été discutés.

Mots clés

Fibres de lin, Fibres de carbone, Composites hybrides, Propriétés mécaniques, Endommagement, Emission Acoustique, Comportement vibratoire.

Abstract

In recent years, the interest in ecological and environmental concerns has led to the gradual development of eco-composites as an alternative to some conventional materials. The use of vegetable fibers as reinforcement makes it possible to improve the environmental performance of the materials as well as their damping properties. Nevertheless, these natural fibers composites, such as flax, having high vibration performance but exhibit lower mechanical performance than that of synthetic carbon fiber composites. In this context, this study proposes to develop composite structures with hybrid reinforcement consisting of a thermosetting resin associated with flax and carbon fibers. The objective of this hybridization is to find a compromise between the mechanical characteristics and the damping properties. First, the static behavior of composites reinforced with flax fibers, carbon fibers and flax/carbon hybrid fibers were analyzed. The main elastic characteristics of unidirectional plies in plane stresses are then determined. In addition, a monitoring and an analysis of the damage mechanisms were carried out by means of the acoustic emission technique associated with micrographic observations. The mechanisms of damage of each material are identified and characterized using a multiparametric analysis (k-means) of the collected signals. The dynamics of each mechanism is followed up until the rupture, making it possible to discriminate the most critical mechanisms leading to the rupture of the composites studied. In order to better meet industrial needs, the behavior of composites subjected to cyclic fatigue tests must be studied. To do this, the fatigue behavior of these materials with hybrid and non-hybrid reinforcements was analyzed under tensile stress and three-point bending. Some dynamic properties of these materials have been exploited, including hysteresis cycles, dissipated energy, damping to discuss their durability. The influence of hybridization on the fatigue life of these composites has been established and has made it possible to construct the endurance curves. Finally, an experimental study and a finite element modeling of the vibratory behavior of hybrid and non-hybrid composites were carried out. The set of properties determined was compared to identify the performance of each material. Thus, the role of different fibers, fiber orientations, hybridization and stacking sequences in overall vibration damping were discussed.

Keywords

Flax fibers, Carbon fibers, Hybrid composites, Mechanical properties, Damage, Acoustic emission, Vibration behavior.

Table des matières

Liste des f	figure	2S	viii
Liste des	tablea	aux	XV
Introduct	tion g	énérale	1
Chapitre	1.	Etude Bibliographique	4
1.1	Intro	oduction	5
1.2	Les	matériaux composites	5
1.2.1		Les renforts	5
1.2	2.1.1	Types de renforts et architectures	6
1.2	2.1.2	Les renforts synthétiques	6
1.2	2.1.3	Les renforts bio-sourcés	8
1.2.2		Les matrices	17
1.3	Mate	ériaux composites à renforts hybrides	
1.3.1		Effet de l'hybridation sur le comportement mécanique	
1.3.2		Effet de l'hybridation sur le comportement vibratoire	
1.3.3		Synthèse de l'effet de l'hybridation des composites lin/carbone	24
1.4	Ana	lyse et suivi des mécanismes d'endommagement des matériaux compo	osites.25
1.4.1		Analyse des mécanismes d'endommagement	25
1.4	4.1.1	La fissuration matricielle	
1.4	4.1.2	Décohésion fibre-matrice	27
1.4	4.1.3	Délaminage inter-plis	27
1.4	4.1.4	Rupture des fibres	27
1.4.2		Détection et suivie des mécanismes d'endommagement en utilisant la	méthode
d'ém	ission	acoustique	
1.4	4.2.1	Définition de l'émission acoustique	
1.4	4.2.2	Identification des sources d'EA dans les matériaux composites	
1.5	Con	clusion	

Chapitre 2	2. Matériaux composites de l'étude
2.1	Introduction
2.2	Les composites étudiés
2.2.1	Constituants des composites
2.2	.1.1 Les renforts fibreux de carbone
2.2	.1.2 Les renforts fibreux de lin
2.2	.1.3 La résine époxyde
2.2.2	Mise en œuvre des matériaux composites
2.3	Caractéristiques générales
2.3.1	Etude de la microstructure
2.3.2	Taux de renfort et taux de porosité44
2.4	Conclusion
Chapitre 3	3. Comportement mécanique en statique des composites non-hybrides et
hybrides l	in/carbone
3.1	Introduction
3.2	Moyens de caractérisation
3.2.1	Essais de traction
3.2.2	Essais de flexion
3.2.3	Emission acoustique
3.3	Comportement mécanique en statique des composites non-hybrides et hybrides en
traction	
3.3.1	Comportement mécanique des composites non-hybrides53
3.3.2	Comportement mécanique des matériaux composites hybrides lin/carbone57
3.4 sollicités	Comportement mécanique en statique des composites non hybrides et hybrides s en flexion trois-points
3.5	Identification et suivie de l'endommagement des matériaux composites non
hybrides	et hybrides par émission acoustique (EA)64
3.5.1	Méthode de classification et d'analyse des signaux d'EA65

3.5.	2 Ré	sultats de la classification
3 a	.5.2.1 coustique	Étude de l'évolution de l'endommagement en surveillant l'activité
3	.5.2.2	Distribution d'amplitude en fonction du temps
3	.5.2.3	Chronologie d'apparition des différents mécanismes d'endommagemen
ic	dentifiés	
3	.5.2.4	Analyse de la contribution de chaque mécanisme d'endommagement er
e	tudiant l'ei	iergie d'EA
3	.5.2.5	Caractéristiques des classes obtenues
3.6	Analys	e des faciès de rupture
3.6.	l Ar	alyse macroscopique de la rupture
3.6.	2 Ar	alyses microscopiques des mécanismes d'endommagement
3.7	Conclu	sion
Chapitr	e 4.	Comportement en fatigue cyclique des composites non-hybrides e
hybrida	s lin/oorb	
hybrides	s lin/carbo	one
hybrides 4.1	s lin/carbo Introdu Protoco	ction
4.1 4.2	Introdu Protocc	ction
4.1 4.2 4.2.	s lin/carbo Introdu Protoco 1 Es	Sone 84 ction 85 oles expérimentaux 86 sais de fatigue en traction 86 voie de fatigue on flavion 86
hybrides 4.1 4.2 4.2. 4.2. 4.2.	s lin/carbo Introdu Protoco 1 Es 2 Es	Sone 84 ction 85 oles expérimentaux 86 sais de fatigue en traction 86 sais de fatigue en flexion 86 sais de fatigue en flexion 86 sais de fatigue en flexion 86
hybrides 4.1 4.2 4.2. 4.2. 4.3	s lin/carbo Introdu Protoco 1 Es 2 Es Compo	Sone 84 ction 85 oles expérimentaux 86 sais de fatigue en traction 86 sais de fatigue en flexion 86 rtement mécanique en fatigue des composites sollicité en traction 89 atria de la civitité 89
hybrides 4.1 4.2 4.2. 4.2. 4.3 4.3	s lin/carbo Introdu Protocco 1 Es 2 Es Compo 1 Ev	Sone 84 ction 85 oles expérimentaux 86 sais de fatigue en traction 86 sais de fatigue en flexion 86 rtement mécanique en fatigue des composites sollicité en traction 89 olution de la rigidité 89
hybrides 4.1 4.2 4.2. 4.2. 4.3 4.3 4.3. 4.3.	s lin/carbo Introdu Protoco 1 Es 2 Es Compo 1 Ev 2 Cy	Sone 84 ction 85 oles expérimentaux 86 sais de fatigue en traction 86 sais de fatigue en flexion 86 rtement mécanique en fatigue des composites sollicité en traction 89 olution de la rigidité 89 cles d'hystérésis 93
hybrides 4.1 4.2 4.2. 4.2. 4.3 4.3 4.3. 4.3. 4.3.	s lin/carbo Introdu Protoco 1 Es 2 Es Compo 1 Ev 2 Cy 3 Ev	Sone 84 ction 85 oles expérimentaux 86 sais de fatigue en traction 86 sais de fatigue en flexion 86 rtement mécanique en fatigue des composites sollicité en traction 89 olution de la rigidité 89 cles d'hystérésis 93 olution de l'amortissement en fatigue 95
hybrides 4.1 4.2 4.2. 4.2. 4.3 4.3. 4.3. 4.3. 4.3.	s lin/carbo Introdu Protoco 1 Es 2 Es Compo 1 Ev 2 Cy 3 Ev 4 Du	one 84 ction 85 oles expérimentaux 86 sais de fatigue en traction 86 sais de fatigue en flexion 86 sais de fatigue en flexion 86 rtement mécanique en fatigue des composites sollicité en traction 89 olution de la rigidité 89 cles d'hystérésis 93 olution de l'amortissement en fatigue 95 rée de vie 100
hybrides 4.1 4.2 4.2. 4.2. 4.3 4.3. 4.3. 4.3. 4.3. 4.3. 4.3. 4.3.	s lin/carbo Introdu Protoco 1 Es 2 Es Compo 1 Ev 2 Cy 3 Ev 4 Du Compo	one 84 ction 85 oles expérimentaux 86 sais de fatigue en traction 86 sais de fatigue en flexion 86 rtement mécanique en fatigue des composites sollicité en traction 89 olution de la rigidité 89 cles d'hystérésis 92 olution de l'amortissement en fatigue 95 rée de vie 100 rtement mécanique en fatigue des composites sollicités en flexion 104
hybrides 4.1 4.2 4.2. 4.2. 4.3 4.3. 4.3. 4.3. 4.3. 4.3. 4.3. 4.4 4.4	s lin/carbo Introdu Protoco 1 Es 2 Es Compo 1 Ev 2 Cy 3 Ev 4 Du Compo 1 Ev	one 84 ction 85 oles expérimentaux 86 sais de fatigue en traction 86 sais de fatigue en flexion 86 rtement mécanique en fatigue des composites sollicité en traction 85 olution de la rigidité 85 cles d'hystérésis 92 olution de l'amortissement en fatigue 92 rée de vie 100 rtement mécanique en fatigue des composites sollicités en flexion 104 olution de l'amortissement en fatigue 104 rée de vie 104 104 104
hybrides 4.1 4.2 4.2. 4.2. 4.3 4.3. 4.3. 4.3. 4.3. 4.3. 4.3. 4.4. 4.4.	s lin/carbo Introdu Protoco 1 Es 2 Es Compo 1 Ev 2 Cy 3 Ev 4 Du Compo 1 Ev 2 Cy 3 Ev 4 Du 2 Cy	one

4.	.4.4	Durée de vie
4.5	Ana	lyse par émission acoustique115
4.	.5.1	Distribution de l'amplitude en fonction du nombre de cycles 115
4.	.5.2	Evolution des différents mécanismes d'endommagement 117
4.6	Cor	clusion
Chapi	tre 5.	Comportement vibratoire des composites non-hybrides et hybrides
lin/car	rbone	
5.1	Intr	oduction
5.2	Etu	de expérimentale du comportement vibratoire
5.	.2.1	Méthode d'analyse modale expérimentale
	5.2.1.1	Mesure de l'amortissement par la méthode de « Circle Fitting » 123
	5.2.1.2	Mesure de l'amortissement par la méthode de la bande passante à -3 dB
	5.2.1.3	Calcul du module de flexion
5.	.2.2	Protocole expérimental
5.	.2.3	Caractérisation du comportement vibratoire des composites non-hybrides lin-
éj	poxyde e	t carbone-époxyde128
	5.2.3.1	Réponses dynamiques des composites en fibres de lin et de carbone 128
	5.2.3.2	Module de flexion des composites de lin et de carbone
	5.2.3.3	Amortissement des composites en fibres de lin et de carbone133
5.	.2.4	Caractérisation du comportement vibratoire des composites renforcés par des
fi	bres hyb	rides lin/carbone136
	5.2.4.1	Comparaison des réponses dynamiques des stratifiés hybrides136
	5.2.4.2	Module de flexion des stratifiés hybrides
	5.2.4.3	Amortissement des stratifiés hybrides140
5.3	Mo	délisation du comportement vibratoire des composites hybrides et non hybrides
5.	.3.1	Présentation du modèle d'éléments finis

Référence	es bibliographiques162
Conclusio	ns et perspectives158
5.4	Conclusion
5.3.3	Résultats numériques et confrontation avec les résultats expérimentaux150
5.3.2	Calcul du facteur de perte global147

Liste des figures

Figure 1.1 – Exemple d'architectures de renfort : a) taffetas, b) sergé et c) tissu quasi-
unidirectionnel (Berthelot, 2005)
Figure 1.2 – Fibres synthétiques courantes
Figure 1.3 – Classification des fibres naturelles
Figure 1.4 – Carte de choix des fibres naturelles (Monti, 2016)12
Figure 1.5 – Une plante de lin en phase de maturité [Lin cultivé, 2018]12
Figure 1.6 – Schéma d'une section d'une tige de lin (Baley et al., 2018)
Figure 1.7 – Fibre de lin : a) Structure d'une fibre élémentaire et b) section transversale des
fibres de lin (Amiri et al., 2015a)14
Figure 1.8 – Compositions chimiques des fibres (Faruk et al., 2014)
Figure 1.9 – Structure chimique des bisphénols A (DGEBA) et bisphénols F (DGEBF) (Garcia
et al., 2003)
Figure 1.10 – Les trois configurations principales des composites hybrides : a) Inter-couches,
b) Intra-couche et c) Intra-fils19
Figure 1.11 – Evolution des caractéristiques des composites hybrides lin/verre avec différents
rapports de fibres : courbes contrainte-déformation (F : fibres de lin, G : fibres de
verre) (Zhang et al., 2013)
Figure 1.12 – Effet de l'hybridation sur les propriétés mécaniques en fonction du ratio verre/lin
: a) module d'Young spécifique, b) contrainte maximale spécifique (Saidane et al.,
2016)
Figure 1.13 – Effet de l'hybridation sur les propriétés en flexion en fonction du ratio verre/lin
(Arbelaiz et al., 2005)22
Figure 1.14 - Effet de l'hybridation en fonction du ratio verre/lin sur : a) les propriétés
d'amortissement et b) la résistance à la traction (Cihan et al., 2019)23
Figure 1.15 – Effet de l'hybridation sur les propriétés d'amortissement (Yan et al., 2017)24
Figure 1.16 - Résultats des propriétés des composites hybrides lin/carbone (Longana et al.,
2018)
Figure 1.17 – Mécanismes de rupture observés dans un stratifié composite (El Mahi, 1991,
Rebière, 1992 et Berthelot, 2005)

Figure 1.18 – Exemples des différents mécanismes d'endommagements : a) Fissuration
matricielle, b) décohésion fibre-matrice, c) délaminage et d) rupture des fibres
(Scholze, 1980 ; Ben Ammar, 2014)
Figure 1.19 – Suivi de l'endommagement par émission acoustique (Masmoudi et al., 2016).29
Figure 2.1 – Rouleau de renfort UD de tissé carbone HR 300 g/m ² 35
Figure 2.2 – Rouleau de renfort UD de FlaxTape 200
Figure 2.3 – Observations microscopiques des fibres de lin du FlaxTape (Monti, 2016; Baley
et al., 2014)
Figure 2.4 – La résine époxyde
Figure 2.5 – Exemple de séquence d'empilements des composites stratifiés de six couches. 39
Figure 2.6 – Mise en place du procédé de fabrication des matériaux composites
Figure 2.7 – Les orientations de découpes
Figure 2.8 – Vue frontale des différents stratifiés composés de six couches
Figure 2.9 – Microscope électronique à balayage utilisé
$eq:Figure 2.10-Vue globale des composites stratifiés a) lin-époxyde [L_3]_s et b) carbone-époxyde$
[C ₃] _s 43
Figure 2.11 – Observations microscopiques en vue proche des composites stratifiésa)
lin-époxyde [L ₃] _s et b) carbone-époxyde [C ₃] _s 43
Figure 2.12 – Vue globale des composites hybrides a) couches de lin à l'intérieur et b) couches
de lin à l'extérieur44
Figure 2.13 – Observations microscopiques de l'interface des matériaux composites hybrides.
Figure 3.1 – Dispositif expérimental de l'essai de traction
Figure 3.2 – Paramètres géométriques d'une éprouvette soumise en flexion
Figure 3.3 – Dispositif expérimental de flexion 3-points
Figure 3.4 – Dispositif expérimentale de la technique d'émission acoustique
Figure 3.5 – Paramètres d'acquisition des salves acoustiques
Figure 3.6 – Courbes Représentatives des essais de traction statiques monotones des matériaux
composites non hybrides. a) Eprouvettes UD-0, b) éprouvettes UD-45 et c)
éprouvettes UD-9054
Figure 3.7 – Courbe contrainte/déformation des composites stratifiés en fibres de lin [L ₃] _{s.} .55
$eq:Figure 3.8-Courbe contrainte/déformation des composites stratifiés en fibres de carbone [C_3]_s.$

Figure 3.9 – Rigidité en traction en fonction de l'orientation des fibres des composites : a)
lin-époxyde [L ₃] _s et b) carbone-époxyde [C ₃] _s
Figure 3.10 – Courbes contrainte/déformation des différents composites : a) $[L_3]_s$, b) $[L_2/C]_s$,
c) $[L/C_2]_s$, d) $[C/L_2]_s$, e) $[C_2/L]_s$ et f) $[C_3]_s$
Figure 3.11 – Evolution du module d'élasticité des composites hybrides lin/carbone
Figure 3.12 – Evolution de la contrainte maximale des composites hybrides lin/carbone 59
Figure 3.13 – L'effet de l'hybridation sur le module d'Young spécifique en fonction du teneur
en carbone normalisé : (a) composites avec des couches extérieures de lin, b)
composites avec des couches extérieures de carbone
Figure 3.14 – L'effet de l'hybridation sur la résistance à la traction spécifique en fonction du
teneur en carbone normalisé : (a) composites avec des couches extérieures de lin,
b) composites avec des couches extérieures de carbone
Figure 3.15 – Courbes contrainte-déformation des essais de flexion 3-points réalisés sur des
éprouvettes avec les différentes séquences d'empilement : a) [L ₆] _s , b) [L ₄ /C ₂] _s , c)
$[L_2/C_4]_s$, d) $[C_2/L_4]_s$, e) $[C_4/L_2]_s$ et f) $[C_6]_s$
Figure 3.16 – Courbes contrainte-déformation obtenues à partir des essais de flexion 3-points
: comparaison entre les stratifies non-hybrides et hybrides lin-carbone
Figure 3.17 – Evolution du module de flexion des composites hybrides lin/carbone
Figure 3.18 – Evolution de la contrainte maximale des composites hybrides lin/carbone 64
Figure 3.19 – Définition des paramètres temporels mesurés sur un signal d'émission
acoustique
Figure 3.20 – Corrélation entre l'évolution de la contrainte et l'activité acoustique des
composites : a) [L ₃] _s , b) [L ₂ /C] _s , c) [C/L ₂] _s , d) [L/C ₂] _s , e) [C ₂ /L] _s et f) [C ₃] _s 68
Figure 3.21 – Distribution de l'amplitude en fonction du temps des signaux d'EA durant les
essais de traction statiques des composites stratifiés : a) lin $[L_3]_s$ et b) carbone $[C_3]_{s-1}$
Figure 3.22 – Distribution de l'amplitude en fonction du temps des signaux d'EA durant les
essais de traction statiques des composites stratifiés hybrides : a) $[L_2/C]_s$, b) $[L/C_2]_s$,
c) $[C/L_2]_s$ et d) $[C_2/L]_s$
Figure 3.23 – Chronologie d'apparition et évolution des classes des composites stratifiés : a)
lin $[L_3]_s$ et b) carbone $[C_3]_s$
Figure 3.24 – Chronologie d'apparition et évolution des classes des composites stratifiés
hybrides : a) $[L_2/C]_s$, b) $[L/C_2]_s$, c) $[C/L_2]_s$ et d) $[C_2/L]_s$
Figure 3.25 – Pourcentages d'évènements des différents matériaux

Figure 3.26 – Comparaison des vecteurs globaux du nombre de coups normalisés des
différentes stratifiés étudiés pour chaque classe75
Figure 3.27 – Contribution des mécanismes d'endommagement pour les six stratifiés77
Figure 3.28 – Distributions statistiques des cinq descripteurs des quatre classes d'EA : a)
Amplitude, b) Energie absolue, c) Durée, d) Nombre de coups au pic et e) Temps
de montée78
Figure 3.29 – Propriétés moyennes des cinq descripteurs pour les quatre classes obtenues79
Figure 3.30 – Observation des fronts de rupture des différents séquences d'empilements : a)
$[L_3]_s$, b) $[L_2/C]_s$, c) $[L/C_2]_s$, d) $[C/L_2]_s$, e) $[C_2/L]_s$ and f) $[C_3]_s$ 80
Figure 3.31 – Observations MEB des différents faciès de rupture des stratifiés en fibre de lin.
Figure 3.32 - Observations MEB des différents faciès de rupture des stratifiés en fibre de
carbone
Figure 3.33 - Observations MEB des différents faciès de rupture des stratifiés hybrides
lin/carbone
Figure 4.1 – Dispositif expérimental de l'essai de fatigue en traction
Figure 4.2 – Caractéristiques des essais de fatigues
Figure 4.3 – Déplacement sinusoïdal appliqué
Figure 4.4 – Courbe typique de l'évolution de la rigidité (d_{0max}/d_{max}) en fonction du nombre de
cycles (N) : a) échelle linéaire et b) échelle semi-logarithmique90
Figure 4.5 – Evolution de la rigidité (d_{0max}/d_{max}) en fonction du nombre de cycles pour
différents niveaux de chargement (rF) et pour les différents composites
Figure 4.6 – Comparaison de la perte de rigidité (d_{0max}/d_{max}) en fonction du nombre de cycles
(N) des différents matériaux pour deux niveaux de chargement : a) $r_F = 0.8$ et b) r_F
= 0.65
Figure 4.7 – Evolution des cycles d'hystérésis pour un niveau de chargement $r_F=0.65$ pour les
deux matériaux composites stratifiés : a) lin $[L_3]_s$ et b) carbone $[C_3]_s$
Figure 4.8 – Evolution des cycles d'hystérésis pour un niveau de chargement $r_F=0.65$ pour les
matériaux hybrides avec des couches externes en fibres de carbone : a) 10° cycles,
b) 10^1 cycles, c) 10^2 cycles et d) 10^3 cycles
Figure 4.9 – Evolution des cycles d'hystérésis pour un niveau de chargement $r_{\rm F}=0.65$ pour les
matériaux hybrides avec des couches externes en fibres de lin : a) 10^0 cycles
b) 10^1 cycles, c) 10^2 cycles et d) 10^3 cycles
Figure 4.10 – Représentation d'un cycle d'hystérésis

Figure 4.11 – Courbe typique de l'évolution du facteur de perte en fonction du nombre de cycles
(N) : a) échelle linéaire et b) échelle semi-logarithmique
Figure 4.12 – Evolution du facteur de perte en fonction du nombre de cycles (N) pour différents
niveaux de chargement (r _F) et pour les différents composites
Figure 4.13 – Comparaison des facteurs de perte en fonction de la fraction volumique en fibres
de lin pour un niveau de chargement $r_F = 0.65$ et pour les différents composites aux
nombres de cycles : a) 10^0 cycles, b) 10^1 cycles, c) 10^2 cycles et d) 10^3 cycles 99
Figure 4.14 – Courbe de Wöhler pour les différents matériaux composites
Figure 4.15 – Comparaison des courbes de Wöhler des différents matériaux composites 103
Figure 4.16 – Courbes de Wöhler en fonction du taux de fibres de lin
Figure 4.19 – Evolution de la contrainte maximale en fonction du nombre de cycles à différents
niveaux de chargement r _d pour les différents composites
Figure 4.20 – Evolution de la contrainte maximale en fonction du nombre de cycles pour un
niveau de chargement $r_d = 0.65$, pour les différents composites
Figure 4.21 – Evolution de la rigidité en fonction du nombre de cycles pour un niveau de
chargement $r_d = 0.65$ des composites non hybrides (: (a) échelle linéaire et (b)
échelle semi-logarithmique
Figure 4.22 – Evolution de la rigidité ($\sigma_{max}/\sigma_{0max}$) en fonction du nombre de cycles à différents
Figure 4.22 – Evolution de la rigidité ($\sigma_{max}/\sigma_{0max}$) en fonction du nombre de cycles à différentsniveaux de chargement rd pour les différents composites.108
 Figure 4.22 – Evolution de la rigidité (σ_{max}/σ_{0max}) en fonction du nombre de cycles à différents niveaux de chargement r_d pour les différents composites
Figure 4.22 – Evolution de la rigidité ($\sigma_{max}/\sigma_{0max}$) en fonction du nombre de cycles à différents niveaux de chargement r_d pour les différents composites.108Figure 4.23 – Evolution de la rigidité en fonction du nombre de cycles pour un niveau de chargement $r_d = 0.65$ pour des différents composites.109
$\label{eq:Figure 4.22-Evolution de la rigidité (\sigma_{max}/\sigma_{0max}) en fonction du nombre de cycles à différents niveaux de chargement r_d pour les différents composites$
 Figure 4.22 – Evolution de la rigidité (σ_{max}/σ_{0max}) en fonction du nombre de cycles à différents niveaux de chargement r_d pour les différents composites
Figure 4.22 – Evolution de la rigidité ($\sigma_{max}/\sigma_{0max}$) en fonction du nombre de cycles à différents niveaux de chargement rd pour les différents composites.108Figure 4.23 – Evolution de la rigidité en fonction du nombre de cycles pour un niveau de chargement rd = 0.65 pour des différents composites.109Figure 4.24 – Cycles d'hystérésis des différents matériaux composites pour un niveau de chargement rd=0.65.110Figure 4.25 – Comparaison des énergies dissipées en fonction du nombre de cycles au niveau
Figure 4.22 – Evolution de la rigidité ($\sigma_{max}/\sigma_{0max}$) en fonction du nombre de cycles à différents niveaux de chargement r_d pour les différents composites.108Figure 4.23 – Evolution de la rigidité en fonction du nombre de cycles pour un niveau de chargement $r_d = 0.65$ pour des différents composites.109Figure 4.24 – Cycles d'hystérésis des différents matériaux composites pour un niveau de chargement r_d =0.65.110Figure 4.25 – Comparaison des énergies dissipées en fonction du nombre de cycles au niveau de chargement r_d = 0.65 pour les différentes éprouvettes étudiées.112
 Figure 4.22 – Evolution de la rigidité (σ_{max}/σ_{0max}) en fonction du nombre de cycles à différents niveaux de chargement r_d pour les différents composites
 Figure 4.22 – Evolution de la rigidité (σ_{max}/σ_{0max}) en fonction du nombre de cycles à différents niveaux de chargement r_d pour les différents composites
Figure 4.22 – Evolution de la rigidité ($\sigma_{max}/\sigma_{0max}$) en fonction du nombre de cycles à différents niveaux de chargement r_d pour les différents composites.108Figure 4.23 – Evolution de la rigidité en fonction du nombre de cycles pour un niveau de chargement $r_d = 0.65$ pour des différents composites.109Figure 4.24 – Cycles d'hystérésis des différents matériaux composites pour un niveau de chargement $r_d=0.65$.110Figure 4.25 – Comparaison des énergies dissipées en fonction du nombre de cycles au niveau de chargement $r_d = 0.65$ pour les différentes éprouvettes étudiées.112Figure 4.26 – Evolution du facteur de perte en fonction du nombre de cycles pour différents niveaux de chargement (r_d) et pour les différents composites.113Figure 4.27 – Comparaison des facteurs d'amortissement en fonction du nombre de cycles pour113
Figure 4.22 – Evolution de la rigidité ($\sigma_{max}/\sigma_{0max}$) en fonction du nombre de cycles à différents niveaux de chargement r_d pour les différents composites.108Figure 4.23 – Evolution de la rigidité en fonction du nombre de cycles pour un niveau de chargement $r_d = 0.65$ pour des différents composites.109Figure 4.24 – Cycles d'hystérésis des différents matériaux composites pour un niveau de chargement r_d =0.65.110Figure 4.25 – Comparaison des énergies dissipées en fonction du nombre de cycles au niveau de chargement $r_d = 0.65$ pour les différentes éprouvettes étudiées.112Figure 4.26 – Evolution du facteur de perte en fonction du nombre de cycles pour différents niveaux de chargement (r_d) et pour les différents composites.113Figure 4.27 – Comparaison des facteurs d'amortissement en fonction du nombre de cycles pour un niveau de chargement (r_d) et pour les différents composites.113Figure 4.27 – Comparaison des facteurs d'amortissement en fonction du nombre de cycles pour un niveau de chargement (r_d) et pour les différents composites.114
 Figure 4.22 – Evolution de la rigidité (σ_{max}/σ_{0max}) en fonction du nombre de cycles à différents niveaux de chargement r_d pour les différents composites
 Figure 4.22 – Evolution de la rigidité (σ_{max}/σ_{0max}) en fonction du nombre de cycles à différents niveaux de chargement r_d pour les différents composites
 Figure 4.22 – Evolution de la rigidité (σ_{max}/σ_{0max}) en fonction du nombre de cycles à différents niveaux de chargement r_d pour les différents composites
 Figure 4.22 – Evolution de la rigidité (σ_{max}/σ_{0max}) en fonction du nombre de cycles à différents niveaux de chargement r_d pour les différents composites

Figure 5.2 – Exemple de fonction de réponse en fréquence
Figure 5.3 – Illustration de la méthode de la bande passante à -3dB
Figure 5.4 – Dispositif expérimental dans le cas d'une excitation par impact
Figure 5.5 – Eprouvette en configuration encastrée/libre
Figure 5.6 – Comparaison des réponses dynamiques des composites en fibres de lin avec
différentes orientations de fibres (0°, 45° et 90°)
Figure 5.7 – Comparaison des réponses dynamiques des composites en fibres de carbone avec
différentes orientations de fibres (0°, 45° et 90°)
Figure 5.8 – Comparaison des réponses dynamiques des composites en fibres de lin et en fibres
de carbone pour des poutres de longueur 250mm
Figure 5.9 – Variation de la fréquence en fonction de l'orientation des fibres pour des
éprouvettes de longueur 250mm des deux composites non hybrides131
Figure 5.10 – Evolution des modules de flexion en fonction de la fréquence pour les différentes
orientations de fibres pour les composites : a) Lin $[L_3]_s$ et b) carbone $[C_3]_s$ 132
Figure 5.11 – Modules de flexion des composites à fibres de lin et de carbone en fonction de
l'orientation des fibres pour une fréquence de 1000 Hz133
Figure 5.12 – Variation des facteurs de perte en fonction de la fréquence pour les composites
en fibres de lin et en fibres de carbone pour différentes orientations de fibres : a) 0° ,
b) 15°, c) 30°, d) 45°, e) 60°, f) 75° et g) 90°
Figure 5.13 – Evolution des facteurs de perte en fonction de l'orientation des fibres des
composites : a) lin-époxyde et b) carbone-époxyde
Figure 5.14 – Comparaison de la réponse dynamique des composites avec des couches externes
en fibres de lin
Figure 5.15 – Comparaison de la réponse dynamique des composites avec des couches externes
en fibres de carbone137
Figure 5.16 – Variation des modules de flexion des matériaux hybrides a) $[L_2/C]_s$, b) $[L/C_2]_s$,
c) $[C/L_2]_s$ et d) $[C_2/L]_s$
Figure 5.17 – Comparaison des modules de flexion des composites non-hybrides et hybrides à
1000 Hz pour des différentes orientations de fibres : a) 0°, b) 15°, c) 30°, d) 45°, e)
60°, f) 75° et g) 90°
Figure 5.18 – Evolution des facteurs de perte en fonction de l'orientation des fibres des
composites : a) $[L_2/C]_s$, b) $[L/C_2]_s$, c) $[C/L_2]_s$ et d) $[C_2/L]_s$
Figure 5.19 – Influence de l'hybridation des composites sur le facteur de perte à 1000 Hz. 142

Figure 5.20 – Comparaison des facteurs de perte en fonction de la fraction volumique des fibres
de lin pour les six matériaux composites à 1000 Hz et pour les différentes
orientations de fibres : a) 0°, b) 15°, c) 30°, d) 45°, e) 60°, f) 75° et g) 90° 143
Figure 5.21 – Couche de matériau composite orthotrope
Figure 5.22 – Schématisation du maillage d'une poutre
Figure 5.23 – Organigramme illustrant la méthode des éléments finis pour le calcul des
fréquences propres et des tenseurs des contraintes et des déformations147
Figure 5.24 – Organigramme illustrant la démarche suivie pour déterminer les facteurs de perte.
Figure 5.25 – Déformées modales des 6 premiers modes de flexion150
Figure 5.26 – Comparaison entre les résultats expérimentaux et numériques de la variation des
fréquences en fonction de l'orientation des fibres des composites en fibres de lin.
Figure 5.27 – Comparaison entre les résultats expérimentaux et numériques de la variation des
fréquences en fonction de l'orientation des fibres des composites en fibres de
carbone
Figure 5.28 - Comparaison entre les résultats expérimentaux et numériques des modules de
flexion en fonction des fréquences des composites en fibres de lin152
Figure 5.29 - Comparaison entre les résultats expérimentaux et numériques des modules de
flexion en fonction des fréquences des composites en fibres de carbone 153
Figure 5.30 – Comparaison des résultats expérimentaux et numériques des facteurs de pertes
en fonction de la fréquence pour les composites en fibres de lin et en fibre de
carbone pour différentes orientations de fibres : a) 0°, b) 15°, c) 30°, d) 45°, e) 60°,
f) 75° et g) 90°
Figure 5.31 - Comparaison entre les résultats expérimentaux et les résultats numériques de
l'évolution des facteurs de perte en fonction de l'orientation des fibres des
composites : a) $[L_2/C]_s$, b) $[L/C_2]_s$, c) $[C/L_2]_s$ et d) $[C_2/L]_s$

Liste des tableaux

Tableau 1.1 – Caractéristiques mécaniques des fibres synthétiques (Thomas, 2011, Poilâne et
al., 2014)7
Tableau 1.2 – Principaux avantages et inconvénients des renforts végétaux (Baley, 2005)9
Tableau 1.3 – Propriétés mécaniques des fibres naturelles (Shah et al., 2014; Abdollah et al.,
2015; De Rosa et al., 2010; Dittenber et al., 2012; Le et al., 2015; Efendy et al.,
2014)
Tableau 1.4 - Composition massique d'une fibre de lin des différents constituants (Charlet,
2006; Thuault, 2011; Busnel , 2006; Roudier et al., 2012; John et al., 2008) 15
Tableau 2.1 – Propriétés mécaniques des fibres de carbone (données du fabricant Sicomin).
Tableau 2.2 – les propriétés mécaniques principales des fibres de lin (Khalfallah et al., 2014;
Baley, 2002; Baley et al., 2014; Poilâne et al., 2014)
Tableau 2.3 – Propriétés mécaniques de la résine époxyde (données du fabricant Sicomin). 38
Tableau 2.4 – Désignation et épaisseurs des différents composites non-hybrides et hybrides
lin/carbone40
Tableau 2.5 – Désignation et épaisseurs des différents composites non-hybrides et hybrides
lin/carbone41
Tableau 2.6 – Caractéristiques des matériaux composites non-hybrides lin et carbone
Tableau 2.7 – Caractéristiques des matériaux composites hybrides lin/carbone.46
Tableau 3.1 – Dimensions nominales des éprouvettes de flexion.51
Tableau 3.2 – Propriétés principales des composites UD en fibre de lin et de carbone.55
Tableau 3.3 – Les caractéristiques des différents matériaux (écart type entre parenthèse) 63
Tableau 3.4 - Formes typiques des signaux d'EA obtenues pour chaque mécanisme
d'endommagement
Tableau 4.1 – Paramètres expérimentaux des essais de fatigue en flexion
Tableau 4.2 – Les propriétés de fatigue des différentes séquences d'empilement.103
Tableau 4.3 – Valeur moyenne du nombre de cycles N ₅ des différents composites 115
Tableau 5.1 – Rigidités réduites des composites unidirectionnels

En plus de ce mémoire de thèse, ces travaux ont conduit aux publications et communications suivantes :

Publications scientifiques

- Ben Ameur M., El Mahi A., Rebiere J.-L., Abdennadher M., Haddar M. Damping analysis of unidirectional Carbon/Flax fiber hybrid composites. *International Journal* of Applied Mechanics (IJAM), Vol. 10, No. 5 (2018) 1850050. https://doi.org/10.1142/S1758825118500503
- Ben Ameur M., El Mahi A., Rebiere J.-L., Gimenez I., Beyaoui M., Abdennadher M., Haddar M. Investigation and identification of damage mechanisms of unidirectional carbon/flax hybrid composites using acoustic emission. *Engineering Fracture Mechanics* (*EFM*), 216 (2019) 106511. <u>https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2019.106511</u>
- Ben Ameur M., El Mahi A., Rebiere J.-L., Beyaoui M., Abdennadher M., Haddar M. Experimental fatigue behavior of carbon/flax hybrid composites under tensile loading. Article déposé.

Communications dans des congrès internationaux et nationaux

- Ben Ameur M., El Mahi A., Rebiere J.-L., Beyaoui M., Abdennadher M., Haddar M. Tensile Fatigue Behavior of Carbon-Flax/Epoxy Hybrid Composites. *Second International Conference on Acoustics and Vibration, (ICAV),* Hammamet–Tunisia, 19-21 March 2018. ACM 13, pp. 1–8, 2019. <u>https://doi.org/10.1007/978-3-319-94616-</u> 0_29.
- Ben Ameur M., Rebiere J.-L., El Mahi A., Beyaoui M., Abdennadher M., Haddar M. Propriétés Dynamiques des Composites Stratifiés à Fibres Hybrides Lin/Carbone. *Congrès français d'acoustique, (CFA),* Le Havre–France, 23-27 Avril 2018.
- Ben Ameur M., El Mahi A., Rebiere J.-L., Beyaoui M., Abdennadher M., Haddar M. Caractérisation du comportement vibratoire des composites renforcés par des fibres hybrides lin/carbone. *The international congress for applied mechanics (JET2018)*, Marrakech–Maroc, 2-4 Mai 2018.
- Ben Ameur M., El Mahi A., Rebiere J.-L., Beyaoui M., Abdennadher M., Haddar M. A comparative study of unidirectional carbon-flax hybrid composites under static and fatigue tests. *The Twenty-Sixth Annual International Conference on composites/nano engineering (ICCE-26)*, Paris-France, 15–21 July 2018.

- Ben Ameur M., Rebiere J.-L., El Mahi A., Beyaoui M., Abdennadher M., Haddar M. Damage mechanisms assessment of hybrid carbon/flax fibre composites using acoustic emission. *The 2nd Franco-Chinese Acoustic Conference (FCAC)*, Le Mans-France, 29–31 October 2018. MATEC Web of Conferences, 283, 03003 (2019) https://doi.org/10.1051/matecconf/201928303003.
- Ben Ameur M., El Mahi A., Rebiere J.-L., Beyaoui M., Abdennadher M., Haddar M. Effect of stacking sequences on mechanical and damping behaviour of carbon-flax hybrid composites. *The second edition of the international conference on Advanced Materials, Mechanics and Manufacturing (a3m)*, Hammamet-Tunisia, 17–19 December 2018.
- Ben Ameur M., El Mahi A., Rebiere J.-L., Beyaoui M., Abdennadher M., Haddar M. Bending fatigue behavior of flax and carbon fiber reinforced epoxy resin. *Eighth International Congress on Design and Modeling of Mechanical Systems (CMSM)*, Hammamet – Tunisia, 18-20 March 2019.
- Ben Ameur M., El Mahi A., Rebiere J.-L., Beyaoui M., Abdennadher M., Haddar M. Effet de l'hybridation sur les propriétés mécaniques et vibratoires des composites à fibres lin-carbone. *Journées Nationales sur les Composites (JNC21)*, Bordeaux-France, 1-3 juillet 2019.

Introduction Générale

Les problèmes de vibrations des structures sont devenus l'une des préoccupations actuelles dans divers domaines tels que l'aéronautique, l'automobile, la construction navale, le sport et les loisirs. Ainsi, l'amortissement des vibrations est un facteur essentiel dans les applications structurales qui permet de réduire les effets indésirables provenant de la transmission des vibrations à d'autres systèmes, de la fatigue structurale, ainsi du bruit dû au rayonnement acoustique. Les composites à fibres de carbone présentent des caractéristiques mécaniques élevées mais ils ont un faible amortissement. Les composites à fibres de lin ont des caractéristiques mécaniques moins élevées mais avec un amortissement plus important. Ces matériaux à base de fibres de lin sont naturels et écologiques, leurs ressources sont renouvelables et ils représentent une alternative économique et écologique. De plus, ces composites bio sourcés présentent des caractéristiques intrinsèques élevées pour dissiper l'énergie. L'objectif de ce travail de thèse consiste à trouver le meilleur compromis entre les caractéristiques mécaniques et les propriétés d'amortissement de matériaux composites et cela en exploitant la technique de l'hybridation. Il s'agit ainsi de mettre en évidence l'effet de l'hybridation et de la séquence d'empilement. Dans ce cadre, cette étude porte sur la caractérisation en statique, en fatigue et en vibration des composites stratifiés composés de fibres hybrides lin/carbone imprégnés avec une résine polymère (résine époxyde).

Le premier chapitre est consacré à une étude bibliographique permettant de présenter les matériaux composites. Tout d'abord, une revue de la littérature concernant les propriétés des fibres synthétiques et naturelles est introduite, en particulier sur les fibres de carbone et de lin respectivement, utilisées dans cette étude. L'objectif est alors de constituer une base de connaissances sur les propriétés de chaque fibre permettant de justifier le comportement des matériaux étudiés dans la thèse. Une synthèse des travaux de recherche réalisés sur les matériaux composites à renforts hybrides est proposée tout en mettant l'accent sur l'effet de l'hybridation sur ces structures. De plus, les mécanismes d'endommagements qui apparaissent dans les composites lors d'une sollicitation sont également discutés. L'utilisation de l'émission acoustique comme moyen de détection et de suivi des endommagements des composites a été introduite. Un état de l'art de différents travaux réalisés sur l'identification des mécanismes d'endommagements des composites a été développé.

Le deuxième chapitre présente une description des différentes propriétés des constituants des composites étudiés dans ce travail. Les matériaux composites en fibre de lin et carbone et hybrides sont fabriqués par imprégnation des fibres unidirectionnelles de lin et de carbone avec la résine époxyde thermodurcissable. Le processus de mise en œuvre par moulage au contact sous vide est présenté. Par la suite, les propriétés générales des composites sont déterminées, notamment leurs microstructures, leurs taux de fibres ainsi que leurs taux de porosité.

Le troisième chapitre présente une caractérisation du comportement en statique des composites non hybrides et hybrides en fibres de lin et de carbone. Tout d'abord, une analyse du comportement en traction monotone des matériaux composites en fibres de lin et en fibres de carbone est effectuée. Les caractéristiques de couches unidirectionnelles avec des conditions de contraintes planes sont déterminés. Nous avons étudié également le comportement en traction quasi-statique uni-axial des matériaux composites à renforts hybrides. Par ailleurs, les propriétés élastiques et les contraintes ultimes des différentes séquences d'empilement sont déterminées. Le comportement mécanique et l'activité acoustique des différents stratifiés non hybrides et hybrides sont corrélés. De plus, la technique d'émission acoustique (EA) est utilisée pour identifier et suivre les principaux mécanismes d'endommagement survenant au cours de ces essais de traction à l'échelle du composite. Des observations macroscopiques et microscopiques ont permis d'identifier les principaux modes d'endommagement dans les différents types de matériaux. Dans la deuxième partie de ce chapitre, une étude du comportement en statique des matériaux composites unidirectionnels sollicités en flexion 3points est réalisée. La flexion est en effet un des principaux modes de chargement de ces structures à renforts hybrides. Leurs caractéristiques élastiques et ultimes sont évaluées en fonction de la séquence d'empilement du composite. Par ailleurs, les résultats obtenus ont permis de mettre en évidence l'influence de l'hybridation des fibres de lin avec les fibres de carbone sur le comportement mécanique du composite ainsi que sur ses différents modes d'endommagements.

Les différents stratifiés unidirectionnels en fibres de lin, en fibres de carbone et hybrides lin/carbone ayant été caractérisés en statique, le quatrième chapitre se focalise sur l'étude de la durabilité de ces structures composites. Les stratifiés étudiés sont testés en fatigue cyclique sous sollicitation en traction et en flexion. Ainsi, des essais de fatigue en traction sont effectués afin de quantifier leur durabilité et leur durée de vie. Quant à l'évolution de l'endommagement, elle est observée grâce au suivi de l'évolution de la rigidité, la quantité d'énergie dissipée et du

facteur de perte en fonction du nombre de cycles. Par la suite, la deuxième partie du chapitre est consacrée à l'analyse du comportement en fatigue cyclique sous sollicitation en flexion trois-points de ces composites. Les essais de fatigue sont réalisés en contrôlant le déplacement pour diffèrent niveaux de chargement. L'effet de l'hybridation sur les différentes propriétés en fatigue est étudié en fonction de la rigidité, des cycles d'hystérésis, de l'énergie dissipée et de l'amortissement. Enfin, la durée de vie des différents composites stratifiés est analysée au cours des essais de fatigue réalisés.

Le cinquième chapitre présente le comportement vibratoire de ces matériaux composites unidirectionnels avec différentes orientations de fibres. Des essais d'analyse modale sont effectués dans le cas de vibration libre en flexion de poutres avec une configuration encastrée/libre. La poutre est excitée à l'extrémité libre à l'aide d'un marteau d'impact et la réponse est détectée en un autre point proche de l'encastrement de la structure à l'aide d'un vibromètre laser. Cette étude expérimentale de la réponse en fréquence a permis de mesurer les fréquences propres, en plus, le module de flexion et l'amortissement modal de matériaux étudiés autour de chaque pic de résonance. Enfin, une étude numérique par élément finis est développée. Cette étude consiste à réaliser une analyse modale à l'aide du pré-post processeur 'MSC-Patran' avec le code de calcul 'MSC-Nastran' sur l'épaisseur de l'éprouvette. Par la suite, on obtient à partir de cette étude les différentes fréquences propres ainsi que les tenseurs des contraintes et des déformations associés à chaque nœud du modèle. Le post-traitement à l'aide du logiciel 'Matlab' permet d'estimer l'énergie de déformation emmagasinée dans la structure (U_d) ainsi que son énergie dissipée par amortissement (ΔU). La comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux montre un bon accord entre les deux approches.

Enfin de ce manuscrit de thèse, les différents résultats obtenus sont discutés et synthétisés dans la conclusion générale, ainsi un certain nombre de perspectives a été proposé.

Chapitre 1.

Etude Bibliographique

Résumé

Ce chapitre présente une analyse bibliographique sur les matériaux composites et de leurs différents constituants. Dans un premier temps, les différentes formes et architectures de renforts ainsi que les différentes matrices utilisables dans la littérature sont introduites. Les différentes natures de fibres (naturelles et synthétiques) sont définies ainsi que leurs avantages et inconvénients. L'accent a été mis sur les caractéristiques des fibres de lin et de carbone et la résine époxyde. Par la suite, les matériaux composites à renfort hybrides sont définis. Une revue de la littérature de l'effet de l'hybridation sur les propriétés mécaniques et vibratoires a été réalisée. Ensuite, une identification des différents modes d'endommagements a été développée. Enfin, une étude bibliographique sur la technique d'émission acoustique et les principaux résultats de classifications obtenues par plusieurs travaux de recherches est effectuée.

1.1 Introduction

Une des raisons du développements des matériaux composites est lié aux besoins des industries aérospatiales en matériaux à caractéristiques mécaniques élevées associés à un faible poids. Actuellement, ils sont présents dans tous les secteurs industriels. La technologie des composites continue à progresser et l'apparition de nouvelles structures telles que les composites à fibres naturelles, limite l'utilisation des composites à base des fibres non écologiques.

Dans la première partie de ce chapitre, les matériaux composites et leurs constituants (fibres et matrices) ont été étudiés avec leurs avantages et inconvénients. D'autre part, les méthodes d'hybridation et leurs effets sur les propriétés des composites ont été étudiées. Finalement, l'accent a été mis sur une synthèse bibliographique concernant les caractéristiques les plus pertinentes des fibres de lin et carbone à utiliser dans les matériaux afin d'améliorer leurs propriétés dynamiques et mécaniques. La présentation des constituants et la méthode de mise en œuvre des matériaux étudiées est ainsi établie.

1.2 Les matériaux composites

Un matériau composite est un assemblage de différents éléments non miscibles, il est constitué d'une protection appelée matrice et d'une ossature appelée renfort. Il est alors un matériau solide et hétérogène. A l'échelle macroscopique, l'association matrice-renfort donne au composite un ensemble de propriétés, notamment mécaniques, que chacun des constituants pris isolément ne possède pas.

1.2.1 Les renforts

Le renfort dans un composite est généralement formé de fibres. Les fibres sont réparties en deux types : fibres courtes et longues. Les fibres courtes sont à l'échelle du centimètre, dont l'orientation souvent aléatoire, conduit à l'obtention d'un matériau qui peut être considéré comme isotrope et homogène à une certaine échelle. Les fibres longues ou continues sont à l'échelle du décimètre, dont l'orientation est souvent contrôlée pour renforcer les directions privilégiées.

Les renforts en fibres représentent le renforcement couramment utilisé pour supporter les charges transférées à travers la matrice. Ils apportent au matériau composite ses performances

mécaniques (rigidité, résistance...) élevées (Sreenivasan *et al.*, 2015, Nurfatimah *et al.*, 2015). Les fibres utilisées sont de nature soit naturelles, soit synthétiques.

1.2.1.1 Types de renforts et architectures

Les renforts diffèrent par le type de fils utilisés (fils simples, mèches, etc.), donc par la masse linéique des fils, et par leurs architectures (ou armure) des fils de chaîne et des fils de trame. La figure 1.1 illustre les armures classiques les plus utilisées : armure toile ou taffetas, sergé et unidirectionnelle.

– Architectures taffetas ou sergé (généralement appelées roving) : il s'agit de mèches de fibres unidirectionnelles de faible largeur où le type d'entrecroisement est spécifique pour chaque roving.

- Architectures unidirectionnel (UD) : on parle d'un renfort UD lorsque les fibres sont toutes alignées selon une même direction. Parfois, on trouve l'utilisation d'un faible pourcentage de fils de trame pour permettre le bon maintien des fibres et la facilité de la manipulation du renfort. On parle alors de tissu quasi-unidirectionnel (l'étude sera focalisée sur ce type d'architecture).



Figure 1.1 – Exemple d'architectures de renfort : a) taffetas, b) sergé et c) tissu quasiunidirectionnel (Berthelot, 2005).

1.2.1.2 Les renforts synthétiques

Les renforts de nature synthétique peuvent être d'origine organique ou inorganique (Figure 1.2). On présente dans le tableau 1.1 une comparaison des caractéristiques mécaniques principales de différentes fibres synthétiques. Généralement, pour les applications quotidiennes qui ne demandent pas des performances élevées, les fibres de verre sont les fibres les plus employées. Dans le cadre des applications qui nécessitent des performances élevées, les fibres

de carbone sont privilégiées vu leurs caractéristiques mécaniques avantageuses. A titre d'exemple, on peut citer certains des avantages des fibres de carbone par rapport aux autres fibres : résistance à la traction élevée, module de traction élevé, faible coefficient de dilatation thermique, conductivité thermique élevée et résistance à la fatigue élevée (Mallick, 2010). Cependant, ces fibres présentent certains inconvénients. En effet, ils ont une faible résistance à aux chocs (fragile), amortissement faible, conductivité électrique élevée et coût élevé (Mallick, 2010).



Figure 1.2 – Fibres synthétiques courantes.

Tableau 1.1 – Caractéristiques mécaniques des fibres synthétiques (Thomas,	2011,
Poilâne et al., 2014).	

Caractéristique	E-glass	Aramid	Kevlar	Carbone
ρ (kg,m ⁻³)	2540	1450	1440	1750-2000
E (GPa)	72	135	60	230-280
σ_r (MPa)	2220	3000	3000	2200-4000
ε _r (%)	3	4,5	2,5-3,7	1,4-1,8

Les fibres de carbone peuvent être préparées avec un polymère de base appelé précurseur, tels que les plus utilisées sont le polyacrylonitrile (PAN) et le brai (Morgan, 2005).

La rigidité de la fibre de carbone provient de sa structure composée de plans d'atomes de carbone. La liaison entre les atomes de chaque plan est covalente et donc forte. Ces plans des fibres de carbone sont ensuite empilés et reliés par des liaisons de van der Waals, qui sont beaucoup plus faibles que les liaisons covalentes (Morgan, 2005). En raison de ces liaisons plus faibles, les fibres de carbone présentent des propriétés mécaniques anisotropes. Cette structure offre également un comportement élastique quasi linéaire (Mallick, 2010). De plus, il faut noter que les fibres de carbone présentent une excellente tenue à la température. En effet, sous une température appliquée jusqu'à 1500 °C environ, leurs caractéristiques mécaniques sont maintenues. Cette propriété de haute tenue thermique conduit à développer des composites en fibres de carbone pour diverses applications. Les fibres de carbone sont utilisées dans une large gamme d'applications de hautes performances, bien que leur utilisation principale soit dans l'aérospatiale (Amiri et al., 2013). Ces matériaux peuvent être utilisés dans les plaquettes de freins (voiture de sport, camions, avions), les tuyères de fusée, les éléments de fours, etc. Ces matériaux trouvent également des applications en atmosphère oxydante lorsqu'ils sont revêtus d'une couche protectrice anti-oxydante, par exemple dans le domaine spatial : tuiles, bords d'attaque, etc.

1.2.1.3 Les renforts bio-sourcés

1.2.1.3.a Avantages et inconvénients des fibres naturelles

Les fibres naturelles représentent une alternative prometteuse aux fibres synthétiques dans les applications de textiles et de composites techniques. Elles ont été introduites en raison de leurs propriétés mécaniques spécifiques intéressantes, leurs performances dissipatives et acoustiques intéressantes, ainsi que leur impact réduit sur l'environnement pendant leurs phases de production et d'utilisation (Dissanayake *et al.*, 2009; Duflou *et al.*, 2014; Joshi *et al.*, 2004; Le Duigou *et al.*, 2011a, b). Bien que les fibres naturelles offrent de nombreux avantages, elles présentent également certains inconvénients à savoir : leur absorption élevée de l'humidité, leur résistance faible au feu et leurs faibles propriétés mécaniques (Tableau 1.2). Les fibres naturelles sont également sujettes à de fortes variations des propriétés mécaniques en raison de la diversité des climats de croissance et des conditions de récolte (Mirbagheri *et al.*, 2007 ; Whitacre *et al.*, 2015). Elles présentent également une faible adhérence à diverses matrices (Jawaid *et al.*, 2011 ; Huo *et al.*, 2013). Ces inconvénients, doivent être pris en compte lors de leur incorporation dans les matériaux composites.

Avantages	Inconvénients
 -Faible coût. -Biodégradabilité. -Propriétés mécaniques spécifiques importantes (résistance et rigidité). -Neutre pour l'émission de CO2. -Demande peu d'énergie pour être produite. -Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres. 	 -Absorption d'eau. -Faible tenue thermique (200 à 230°C maximum). -Variation de la qualité en fonction du lieu de croissance, de la météo -Fibres anisotropes. -Pour les applications industrielles, demande la gestion d'un stock. -Différentes sections de fibres. -Faibles propriétés mécaniques. -Faible adhérence à diverses matrices.

Tableau 1.2 – Princip	aux avantages et	inconvénients des	renforts vég	gétaux (Baley,	2005).
1	0			, \ <i>\</i> '	

1.2.1.3.b Classification des fibres naturelles

Les fibres naturelles peuvent être classées en trois catégories principales, à savoir les fibres animales, les fibres minérales et les fibres végétales, quelques exemples sont présentés dans la figure 1.3. Les fibres animales sont celles qui sont obtenues à partir d'animaux, par exemple de mammifères poilus, de laine de mouton, de poils obtenus, de soie, plume de poules, etc (Sullins et al., 2017). La fibre de soie est également une fibre animale qui présente la plus grande résistance à la traction parmi toutes les fibres naturelles, ainsi que les toiles d'araignées (Rojo et al., 2015). Les fibres minérales sont des fibres naturelles produites ou légèrement modifiées à partir de minéraux. On cite ainsi l'amiante et la céramique qui sont des fibres minérales communément connues. Les fibres minérales sont capables d'être utilisées dans des conditions de température élevée (Cai et al., 2016). Elles peuvent être également utilisés comme matériau réfractaire. Les fibres végétales sont les fibres les plus abondantes parmi toutes les fibres naturelles. Le chanvre, le lin, le sisal, le jute, le kénaf, l'abaca, la ramie, etc... qui sont par exemple les fibres végétales les plus connues. Ces fibres sont également appelées fibres cellulosiques et elles ont une résistance à la traction assez prometteuse (Kocaman et al., 2017).

Le renforcement par les fibres naturelles est compatible avec les matrices thermoplastiques et thermodurcissables. Le polyuréthane, le phénolique, le polyester et l'époxyde sont quelques exemples de matrices couramment utilisées dans la fabrication des composites à base de fibres naturelles pour des applications plus performantes, nécessitant en particulier la rigidité et la résistance.



Figure 1.3 – Classification des fibres naturelles.

La fibre d'arec (fruit du palmier) est une culture vivace. Elle est peu coûteuse, très abondante et facilement disponible. Elle est principalement composée d'hémicellulose et d'un taux élevé de sorption d'humidité (Kumar, 2008). Il faut donc traiter l'areca avant de l'utiliser dans la fabrication des composites afin de réduire l'absorption d'humidité (Padmarai et al., 2013). La fibre de kénaf est une fibre cellulosique. Elle présente un avantage économique et écologique, car elle peut être cultivée dans un environnement varié et la croissance de cette plante est très prometteuse (Akil et al., 2011). Il s'agit d'une fibre largement utilisée en raison du faible taux d'absorption d'humidité. Elle est ainsi compatible avec la plupart des matrices polymères (Ramesh, 2016). La fibre de banane composée principalement de glucides et de protéines, qui le rend en fait une fibre à haute résistance, mais elle absorbe l'eau. Ainsi, un traitement initial est également nécessaire pour la fibre de banane (Venkateshwaran et al., 2010). Des propriétés similaires sont héritées du sisal, du chanvre, du jute, du palmier à huile, de l'ananas, du coco, de la ramie, de l'ortie de l'Himalaya, du lin, etc. (Shahzad, 2012; Kusumaningrum et al., 2014; Pokhriyal et al., 2017). Pour le développement de composites à fibres naturelles, la sélection des fibres est essentielle. Elles doivent posséder de bonnes propriétés mécaniques telles que la rigidité et la résistance à la traction. D'autres propriétés telles que l'allongement à la rupture, la stabilité thermique, l'adhésion des fibres et de la matrice, le comportement dynamique, la durabilité, le faible coût de fabrication et le taux d'absorption d'humidité sont également importants pour la sélection des fibres. D'autre part, certaines propriétés des fibres naturelles se révèlent meilleures que les fibres synthétiques. En effet, elles possèdent des caractéristiques mécaniques élevées, une meilleure isolation thermique, une meilleure isolation acoustique et une biodégradabilité élevée.

1.2.1.3.c Choix des fibres

Suite à la comparaison des propriétés des fibres naturelles telles que la résistance à la traction et le module d'Young dans le tableau 1.3, et comme il a été montré par Monti (Monti, 2016) dans la carte de sélection présentée sur la figure 1.4, on peut conclure que les fibres de chanvre et de lin pourraient concurrencer les fibres synthétiques. De plus, ces deux dernières fibres ont été privilégiées en raison de leur culture importante en Europe et particulièrement en France. De nos jours, les fibres de lin sont les fibres les plus étudiées et utilisées (Holbery *et al.*, 2006; Sliseris *et al.*, 2016; Yan *et al.*, 2014a, b, 2015). Elles possèdent en effet un module et une résistance à la traction élevés par rapport aux autres fibres naturelles (Baley, 2002; Faruk *et al.*, 2012). Elles peuvent être utilisées comme fibres courtes dans les thermoplastiques pour des applications de moulage par injection. Elles peuvent également être transformées en tissus techniques structurés traités et imprégnés avec des thermodurcissables ou des thermoplastiques destinés à être utilisées dans des applications structurelles. De plus, les fibres de lin présentent des longueurs importantes et disponibles en une vaste gamme de tissus unidirectionnels et multi-axiaux.

Fibre	ρ (kg,m ⁻³)	E (GPa)	σ _r (MPa)	ε _r (%)
Chanvre	1,47	70	690	1,6
Lin	1,5	27,6	345-1500	2,7-3,2
Sisal	1,45	9,4-22	468-700	3-7
Ramie	1,55	61,4-128	400-938	1,2-3,8
Kenaf	1,2	53	295-1191	1,6
Jute	1,3-1,49	13-26,5	393-800	1,16-1,5
Noix de coco	1,15-1,46	4-6	131-220	15-40
Coton	1,5-1,6	5,5-12,6	287-800	7-8
Bambou	0,6-1,1	11-17	140-230	2,5-3,7
Laine	1,3	2,3-5	50-315	13,5-35

Tableau 1.3 – Propriétés mécaniques des fibres naturelles (Shah et al., 2014; Abdollah et al., 2015; De Rosa et al., 2010; Dittenber et al., 2012; Le et al., 2015; Efendy et al., 2014).



Figure 1.4 – Carte de choix des fibres naturelles (Monti, 2016).

1.2.1.3.d De la tige à la fibre de lin

La plante de lin existe sous la forme d'une tige droite (Figure 1.5) qui peut atteindre 80 à 120 cm de hauteur et environ 2 mm de diamètre. La tige de lin peut être considérée comme un matériau composite parce qu'elle est constituée par différentes structures tubulaires concentriques. Cette constitution justifie la bonne tenue de la plante vis-à-vis les contraintes environnementales (vents soufflant dans divers directions).



Figure 1.5 – Une plante de lin en phase de maturité [Lin cultivé, 2018].

Une méthode combinée utilisant une microphotographie visible, associée à une transmission tridimensionnelle dans l'infrarouge, a permis de localiser la distribution des différents composants sur des sections de tiges de lin (Morvan *et al.*, 2003). La figure 1.6 montre une coupe transversale d'une tige de lin (Baley *et al.*, 2018). Les auteurs ont observé que les surfaces de la tige de lin dans la région épidermique sont principalement composées de pectines et de

composants lipophiles, tels que les cires. Sous l'épiderme, on trouve le parenchyme cortical et puis la zone interne riche en fibres libériennes. La présence de 20 à 40 faisceaux de fibres, où la cellulose prédomine, a montré des quantités substantielles de ciment pectique et de quelques polysaccharides amorphes. Ces observations ont montré que, dans le cas des fibres de lin, la lignine n'assure pas la cohésion des faisceaux de fibres libériennes car elle est présente en très faible quantité. D'autre part, les pectines sont les principaux composants accumulés dans la paroi cellulaire primaire et les jonctions cellulaires, nommées les lamelles moyennes (Morvan *et al.*, 1991; Lefeuvre *et al.*, 2015; Keryvin *et al.*, 2015; Charlet *et al.*, 2014). La lignine et les polysaccharides non cellulosiques sont plus concentrés dans les tissus centraux de la tige. Le phloème est une mince couche de croissance qui donne naissance aux tissus essentiels de la plante. Par la suite le xylème qui est une zone de soutien comprenant le bois qui constitue les anas (très riches en lignine). Enfin, on trouve une lacune qui présente une âme creuse servant à la circulation des différents fluides tels que la sève et l'eau.



Figure 1.6 – Schéma d'une section d'une tige de lin (Baley et al., 2018).

1.2.1.3.e Structure d'une fibre de lin

Contrairement aux fibres synthétiques, généralement constituées d'un mono-composant dans la masse (verre, carbone, etc...), les fibres naturelles telles que les fibres de lin présentent une structure complexe hiérarchisée et stratifiée constituée de plusieurs biopolymères constituant la structure centrale des parois cellulaires.

La figure 1.7 illustre une section transversale de fibres de lin et la structure d'une fibre libérienne élémentaire. En général, dans les parois cellulaires des plantes, différentes couches composent la structure de la fibre, à savoir la paroi primaire, la paroi secondaire et le lumen centrale, cité de l'extérieur vers l'intérieur (Fuqua *et al.*, 2012). En effet, une seule fibre est constituée d'une couche externe, la paroi primaire (P) et de couches internes concentriques

déposées successivement, constituant les parois secondaires (S1), (S2) et (S3), dans lesquelles les différents biopolymères sont répartis et organisés formant une structure fibrillaire à plusieurs composantes tridimensionnelle (Klemm *et al.*, 2005, 1998; Krässig, 1993). Ces différentes couches dans la fibre peuvent être considérées comme différentes couches dans le composite.

La paroi primaire, qui contient principalement de pectines et aussi les hémicelluloses et la cellulose, est la première couche déposée pendant la croissance de la plante et de la cellule entournant la paroi secondaire (John *et al.*, 2008). Elle a une épaisseur d'environ 0,2 µm. La cellulose se présente sous forme de microfibrilles orientées aléatoirement et qui forment un réseau permettant à la fibre de résister à ses propres pressions internes.



Figure 1.7 – *Fibre de lin : a) Structure d'une fibre élémentaire et b) section transversale des fibres de lin (Amiri et al., 2015a).*

La paroi cellulaire secondaire (10 μ m d'épaisseur) est principalement constituée de microfibrilles de cellulose enroulée en hélice. Ces microfibrilles sont composées de 30 à 100 molécules de cellulose. En tant que composant principal, les macromolécules de cellulose cristallisent en microfibrilles raisonnablement orientées le long de l'axe des fibres avec un angle (θ) d'environ 5° à 10° pour les fibres de lin (Bledzki *et al.*, 1996; Bledzki *et al.*, 1999; Dittenber *et al.*, 2012; Mohanty *et al.*, 2000). L'angle entre l'axe de la fibre et la microfibrille dépend de l'espèce de fibre. La couche structurelle principale (S2) est responsable de la plupart des performances mécaniques et des propriétés physiques des fibres. Cette couche intermédiaire de la paroi secondaire est la couche la plus épaisse (5 à 8 μ m d'épaisseur) et contribue pour environ 70% du module d'Young de la fibre dans son ensemble (Bledzki *et al.*, 1999). L'angle microfibrillaire ainsi que la couche intermédiaire de la paroi secondaire sont en grande partie responsables des propriétés mécaniques de la fibre, où un petit angle donne généralement lieu
à une résistance et à un module de fibre plus élevés et influe sur l'amortissement (Faruk *et al.*, 2012; Mohanty *et al.*, 2000).

Lors de l'utilisation de fibres naturelles, il est important de comprendre que, contrairement aux fibres synthétiques ou à base de minéraux, les fibres naturelles présentent un comportement élastique non linéaire en traction. Ce comportement est expliqué par la structure de la fibre naturelle. Les multiples couches (parois primaires et secondaires) qui composent la structure de la fibre naturelle provoquent le comportement viscoélastique (Amiri *et al.*, 2015b).

1.2.1.3.f Composition biochimique d'une fibre de lin

Pour la compréhension des mécanismes de dégradation, la composition chimique des fibres de lin est une donnée très importante. En effet, ce sont les composants naturels qui régissent les propriétés mécaniques de la fibre, aussi leur tenue au vieillissement. Il est important de comprendre la nature de ces constituants afin d'anticiper les modes de dégradations, les déformations et les changements d'état. Le tableau 1.4 regroupe les données bibliographiques de la composition biochimique d'une fibre de lin.

Tableau 1.4 – Composition massique d'une fibre de lin des différents constituants (Charlet,2006; Thuault, 2011; Busnel , 2006; Roudier et al., 2012; John et al., 2008).

Composant	Cellulose	Hémicellulose	Pectines	Lignines	Cires	Eau	Autres
% massique	64 - 73,8	10 – 16,7	1,8 – 3	2-3	1,5 – 2	8 – 10	3 – 5

Ces propriétés chimiques sont affectées par plusieurs facteurs. Par exemple, on trouve les conditions climatiques, la dégradation, l'âge et le temps pris par la fibre en croissance, la classification florale et la hauteur de la tige (Dittenber *et al.*, 2012). Les propriétés chimiques de la fibre naturelle ont leur propre importance lors de la sélection de la fibre pour la fabrication de composites. Les propriétés chimiques des fibres constituent la base de la prévision des propriétés finales du composite fabriqué. Les constituants chimiques de la fibre naturelle affectent grandement les propriétés physiques, mécaniques, thermiques et tribologiques des matériaux composites (Figure 1.8).

La cellulose est le constituant principal d'une fibre de lin (environ 70% en masse de la fibre). Le regroupement en « bâtonnets » rigides des chaînes linéaires cellulosiques est favorisé sur chaque monomère par la présence de groupements hydroxyles en périphériques. Cette association supramoléculaire donne la microfibrille. Elle influe sur la résistance de la fibre. La lignine est un polymère tridimensionnel amorphe composée de guai-acyle. Elle se situe entre les régions hémi-cellulosiques et entoure les microfibrilles. Elle permet à la fibre de rester hydratée et de réduire son hydrophilie. Elle apparaît principalement à la fin de la croissance des fibres dans la lamelle mitoyenne et la paroi primaire. Les hémicelluloses sont les constituants les plus hydrophiles de la fibre. Les hémicelluloses sont composées de divers monomères : le glucose anhydre, le mannose, la xylose, le galactose, le rhamnose, l'arabinos. Ils sont des polysaccharides amorphes de faible degré de polymérisation (Bledzki et al., 1999; Bledzki et al., 2008). Ce poids moléculaire qui est faible explique leurs faibles résistances aux attaques chimiques ainsi que le faible module d'élasticité (8 GPa). Ce dernier est très dépendant de l'hygrométrie. Les hémicelluloses jouent un rôle de liaisons aux interfaces du ciment pectique amorphe et les microfibrilles de cellulose cristalline grâce à leur adhésion forte avec les molécules de cellulose (Lefeuvre et al., 2015 ; Keryyin et al., 2015). Les substances cireuses influencent la mouillabilité et les caractéristiques d'adhérence. Par conséquent, il est souhaitable de résoudre ces obstacles en traitant la fibre avec certaines méthodes chimiques pour améliorer les propriétés de surface de la fibre, mouillabilité, compatibilité de la fibre. Généralement, le traitement chimique améliore les propriétés de la fibre en réduisant l'humidité contenu qui est compris entre 8 et 12,6% avant traitement. Les fibres cellulosiques fortement polarisées sont par nature moins compatibles avec les polymères hydrophobes. Ainsi, par l'introduction de matériaux tiers (agents de couplage), la compatibilité entre fibres et polymère peut être amélioré car il élimine les couches limites faibles, les couches déformables, mouillabilité, liaison chimique, etc.



Figure 1.8 – Compositions chimiques des fibres (Faruk et al., 2014).

Coroller *et al.* (2013) ont étudié la microstructure et les propriétés mécaniques des composites lin/époxyde à fibres unidirectionnelles. Ces auteurs ont utilisé trois variétés de fibres de lin, Hermes, Andrea et Marylin, et ont constaté que le processus d'extraction mécanique, en particulier l'étape de piratage, avait une forte influence sur la dispersion des fibres au sein de la matrice. Une amélioration significative de la résistance à la traction longitudinale du composite a été obtenue avec des fibres hachées, du fait de leur plus grande capacité d'individualisation en fibres élémentaires, ce qui permet d'obtenir une microstructure composite plus homogène.

1.2.2 Les matrices

La matrice d'un matériau composite est souvent appelée résine. Elle sert de liant au renfort. D'un point de vue mécanique, elle a pour rôle de transmettre aux fibres les sollicitations mécaniques et de les protéger vis-à-vis des agressions extérieures.

La matrice peut être l'un des deux types : thermoplastique (TP) ou thermodurcissable (TD). Les matrices TP présentent de macromolécules linéaires pouvant cristalliser mais ils ne possèdent pas de liaisons disponibles pour établir des ponts avec d'autres molécules. Cependant, les matrices TD sont constituées de longues macromolécules possédant des liaisons pour créer un réseau chimique tridimensionnel. Cette famille de résines est la plus répandue grâce aux diverses propriétés. Les principales résines les plus utilisées sont les polyesters et les époxydes. D'autres familles comme les résines phénoliques, les polyamides et les polyuréthanes sont également rencontrées. Ces matrices TD sont commercialisées sous forme de résine initialement à l'état de liquide visqueux. Ces molécules établissent alors des liaisons entre elles. Les réactions entre elles sont déclenchées le plus souvent grâce à l'action d'un durcisseur (catalyseur) et de la température. Ils se forment ainsi une structure solide tridimensionnelle, cette réaction est irréversible.

Généralement, les résines époxydes sont employées dans les applications de hautes performances parce que leur retrait est nettement faible, en plus leurs propriétés mécaniques sont supérieures par rapport à celles d'autres résines.

Ces résines présentent une fonction époxyde dans leur formulation. Elles sont constituées d'un mélange de deux résines différentes. Le diglycidyl éther du bisphénol A (DGEBA) et le diglycidyl éther du bisphénol F (DGEBF) sont les deux constituants de bases de la résine époxyde (Figure 1.9). La réticulation est déclenchée par des composés amines (application

enroulement filamentaire) ou anhydrides (réticulation longue nécessitant des hautes températures). Les résines époxydes présentent un retrait nettement inférieur à celui des polyesters. Elles présentent une excellente adhésion sur tout type de renforts (verre, aramide, carbone, polyester...) et des bonnes résistances mécanique et chimique. Ces dernières propriétés sont expliquées par la présence de groupements chimiques spécifiques comme montré sur la figure 1.9. Dans cette étude, la résine époxyde a été utilisée dans le matériau composite étudié.



Figure 1.9 – Structure chimique des bisphénols A (DGEBA) et bisphénols F (DGEBF) (Garcia et al., 2003).

1.3 Matériaux composites à renforts hybrides

En règle générale, dans un matériaux composites hybrides, les avantages d'un type de fibre peuvent pallier les inconvénients de l'autre type de fibre. En conséquence, un bon rapport entre le coût, les performances et la durabilité peut être atteint par une conception appropriée des matériaux composites. Par exemple, le remplacement d'un pourcentage de fibres de carbone dans un stratifié par des fibres de verre qu'ils sont moins chers peut réduire considérablement le coût, alors que les propriétés de flexion restent presque inchangées. En plus, on peut optimiser les propriétés d'une structure par l'hybridation avec deux types de fibres. A titre d'exemple, dans un composite hybride lin/carbone, on optimise l'amortissement avec la fibre de lin et la rigidité avec la fibre de carbone.

Les fibres peuvent être combinées dans de nombreuses configurations différentes. Les trois configurations les plus importantes sont représentées dans la figure 1.10. Dans la configuration inter-couches (Figure 1.10.a), les couches des deux types de fibres sont empilées l'une sur l'autre. Cette méthode est la plus simple et la moins chère pour produire un composite hybride. Dans la configuration intra-couche, les deux types de fibres sont mélangés dans les couches. Ceci est illustré sur la figure 1.10.b, où les différents fils sont co-tissés dans une couche. D'autres configurations intra-couche, telles que des faisceaux parallèles, sont également possibles. Les deux types de fibres peuvent également être mélangés au niveau de la fibre, ce qui donne un hybride intra-fils (Figure 1.10.c). Des configurations plus complexes peuvent être obtenues en combinant deux de ces trois configurations. Par exemple, un hybride intra-fils peut être tissé avec un homogène. Dans cette étude, la configuration inter-couches (Figure 1.10.a) sera étudiée.



Figure 1.10 – Les trois configurations principales des composites hybrides : a) Intercouches, b) Intra-couche et c) Intra-fils.

Lors de l'étude des composites hybrides, l'effet d'hybridation est souvent mentionné. En effet, il est utilisé pour décrire les changements de propriétés d'un composite contenant deux types de fibres, pouvant être un écart positif ou négatif d'une certaine propriété mécanique (Dittenber *et al.*, 2012). L'effet hybride est une considération de conception importante lors de la détermination des caractéristiques souhaitées du composite final.

1.3.1 Effet de l'hybridation sur le comportement mécanique

L'hybridation peut être réalisée en combinant différentes fibres synthétiques et/ou naturelles dans la même matrice. Plusieurs chercheurs ont étudié la possibilité de combiner différents types de fibres naturelles pour former des composites hybrides (John *et al.*, 2004; Venkateshwaran *et al.*, 2012). Ces deux études ont mis en évidence l'effet positif de l'hybridation sur les propriétés mécaniques en ajoutant des fibres plus performantes au composite. En effet, John *et al.* (2004) ont constaté une amélioration de 48% en module de traction pour une hybridation de 50% de fibres de sisal dans les fibres de banane et Venkateshwaran *et al.* (2012) ont constaté une amélioration de 10% avec une hybridation de 20% de fibres de kénaf dans la farine de bois. Néanmoins, les composites hybrides peuvent être également conçus par une combinaison de fibres naturelles et de fibres synthétiques (Mahjoub *et al.*, 2013; Petrucci *et al.*, 2013; Muralidhar, 2013; Assarar *et al.*, 2015). La solution d'hybridation des fibres naturelles-fibres synthétiques permet d'améliorer certaines propriétés mécaniques des composites à fibres naturelles. Divers travaux ont étudié expérimentalement l'effet de l'hybridation des fibres naturelles avec des fibres synthétiques de verre ou de carbone sur divers aspects.

Récemment, Zhang *et al.* (2013) ont étudié l'effet d'hybridation des composites à base de fibres de lin unidirectionnelles en faisant varier la fraction volumique des fibres de verre. L'influence des rapports d'hybridation et de la séquence d'empilement entre les couches de fibres de lin et de verre a été étudiée. La figure 1.11 indique que le composite à base des fibres de lin (FFRP) présente des propriétés mécaniques faibles par rapport à celles du composite à fibres de verre (GFRP). Les résultats obtenus ont montré aussi que les propriétés de traction des composites hybrides lin/verre étaient améliorées avec l'augmentation de la fraction volumique des fibres de verre.



Figure 1.11 – Evolution des caractéristiques des composites hybrides lin/verre avec différents rapports de fibres : courbes contrainte-déformation (F : fibres de lin, G : fibres de verre) (Zhang et al., 2013).

Une approche similaire a été menée par Saidane *et al.* (2016) sur des composites hybrides lin-verre/époxyde sous une sollicitation en traction. Ils ont également utilisé un modèle théorique, basé sur la loi des mélanges (ROM), pour prédire le module de traction de ces composites hybrides. Leurs résultats obtenus ont montré que la séquence d'empilement affecte les propriétés mécaniques des composites hybrides. Le module d'Young et la résistance à la traction spécifiques des stratifiés à fibres de lin sont considérablement améliorés par l'incorporation de fibres de verre (Figure 1.12). Cette amélioration résulte du fait que les fibres de verre sont plus rigides que les fibres de lin.



Figure 1.12 – Effet de l'hybridation sur les propriétés mécaniques en fonction du ratio verre/lin : a) module d'Young spécifique, b) contrainte maximale spécifique (Saidane et al., 2016).

Dans un autre travail, les comportements en traction et en impact des matériaux composites hybrides avec des fibres de palmier et de verre et une résine époxyde ont été étudiés par Abu Bakar et al. (2005). L'hybridation des fibres de palmier avec des fibres de verre a amélioré les propriétés en traction et l'impact du composite à fibres de palmier. De plus, quand les fibres de verre sont placées à la surface extérieure des composites hybrides, elles offrent une résistance meilleure à l'impact. Arbelaiz et al., 2005 ont étudié des composites hybrides à matrice polypropylène PP renforcée par des fibres courtes lin/verre. Pour une teneur en masse fibreuse de 30%, les composites hybrides présentaient différents rapports de fibres verre/lin : 0:100, 25:75, 50:50, 75:25 et 100:0. Les résultats obtenus ont montré que les composites à fibres de verre ont les meilleures propriétés mécaniques, à la fois en traction et en flexion (Figure 1.13). L'effet de l'hybridation se traduit par une amélioration quasiment linéaire avec l'augmentation de taux de fibre de verre pour les modules d'élasticité et de flexion ainsi que pour les résistances à la rupture en traction et flexion (Figure 1.13).



Figure 1.13 – Effet de l'hybridation sur les propriétés en flexion en fonction du ratio verre/lin (Arbelaiz et al., 2005).

Haneefa *et al.* (2008) ont effectué une étude expérimentale sur les propriétés des matériaux composites hybrides à fibres courtes de banane/verre avec la résine polystyrène. Lorsque la fraction volumique de fibres de verre augmente, avec une teneur constante en fibres de banane (20% en volume), elle contribue à améliorer les propriétés mécaniques de traction et flexion, à l'exception de l'allongement à la rupture. Ils concluent que l'hybridation a un effet positif sur les propriétés de traction en augmentant la rigidité avec une réduction des coûts.

Ahmed *et al.* (2008) ont étudié l'effet de l'hybridation et des séquences d'empilement des fibres de verre et de jute sur les propriétés de traction, de flexion et de cisaillement des composites hybrides renforcés en fibres tissées de jute/verre. Les stratifiés ont tous été fabriqués avec 10 plis, avec un taux de fibres constant, en faisant varier le nombre et la position des couches de verre pour obtenir six séquences d'empilement différentes. Les auteurs ont observé que l'intégration des couches de verre de part et d'autre des stratifiés renforcés de fibres de jute améliore les propriétés des composites hybrides. Ils ont également observé que les séquences d'empilement affectaient de manière significative la résistance à la flexion. Ces travaux montrent clairement le potentiel de la complémentarité entre les fibres naturelles et traditionnelles.

1.3.2 Effet de l'hybridation sur le comportement vibratoire

Les composites en fibres de lin présentent des propriétés d'amortissement supérieures à celles des fibres conventionnelles. Monti *et al.* (2017) et Daoud *et al.* (2016) ont étudié les propriétés dynamiques des composites en de fibres de lin. Duc *et al.* (2014) et Cheour *et al.* (2016) ont comparé les propriétés mécaniques et les propriétés d'amortissement des composites

en fibres de verre, de carbone et de lin. Ils ont montré que les composites en fibres de lin présentent un comportement d'amortissement important, mais des performances mécaniques plus faible que celles des composites en fibres de verre et de carbone. Ces éco-matériaux sont déjà utilisés dans certains produits mais leurs propriétés mécaniques restent une entrave pour de nombreuses applications structurelles. Les matériaux composites à fibres hybrides les plus utilisés sont en fibres de verre et fibres de lin. Il a été démontré que l'hybridation des fibres de lin avec des fibres de verre équilibre les capacités d'amortissement avec les performances mécaniques. Des propriétés d'amortissement des composites hybrides lin/verre ont été étudiés par Cihan *et al.* (2019). Des expériences ont été réalisées permettant de déterminer le comportement d'amortissement de ces matériaux. Il a été observé que l'hybridation des fibres de lin et du verre se traduit par une augmentation de l'amortissement, de 1,97% à 2,63% pour le meilleur hybride, notamment lorsque les plies de lin sont placées à l'extérieur du stratifié en fibres de verre (Figure 1.14.a). Toutefois, le compromis sur les propriétés de traction est significatif en passant de 473,28 MPa à 166,53 MPa.



Figure 1.14 – Effet de l'hybridation en fonction du ratio verre/lin sur : a) les propriétés d'amortissement et b) la résistance à la traction (Cihan et al., 2019).

Dans le but d'améliorer les propriétés dynamiques ainsi le facteur de perte des composites renforcés en fibres de carbone, certaines études récentes ont proposé des composites hybrides avec une combinaison de fibres de carbone et de lin dans la même matrice (Dhakal *et al.*, 2013). Le Guen *et al.* (2016) ont étudié la relation entre le module et l'amortissement dans le cas des stratifiés à fibres hybrides carbone/lin. Ils ont montré que le coefficient d'amortissement des structures composites augmente en faisant croître la proportion de fibres de lin. Récemment, Assarar *et al.* (2015) ont étudié les propriétés dynamiques des composites hybrides à renfort sergé lin/carbone dans le but d'améliorer leurs propriétés d'amortissement et réduire les vibrations tout en gardant des propriétés mécaniques relativement importantes.

L'hybridation des fibres de lin avec des fibres de carbone est une méthode efficace pour améliorer les propriétés d'amortissement des composites en fibre de carbone (CFRP) en raison de la morphologie et de la microstructure des fibres de lin. Au cours du processus de transfert de charge, certaines sous-couches de microfibrilles dans la couche S2 de la paroi secondaire produisent un déplacement relatif avec leurs sous-couches adjacentes, ce qui engendre la dissipation d'énergie par le frottement ou par glissement (Yan *et al.*, 2017). Les propriétés d'amortissement des composites hybrides ont été amélioré, en particulier en plaçant les couches de fibres de lin de part et d'autre des stratifiés, soit environ 60% plus que celle du CFRP. Cependant, la perte de la résistance spécifique et du module des composites hybrides était d'environ 30% par rapport à celle du CFRP (Figure 1.15).



Figure 1.15 – Effet de l'hybridation sur les propriétés d'amortissement (Yan et al., 2017).

1.3.3 Synthèse de l'effet de l'hybridation des composites lin/carbone

Les performances mécaniques des composites à fibres naturelles ou usuelles sont fortement influencées par les propriétés intrinsèques de leurs constituants utilisées, ainsi que par la qualité de l'interface fibre/matrice. La figure 1.16 présente les résultats de plusieurs propriétés des composites hybrides lin/carbone obtenus par Longana *et al.* (2018). Les composites avec 100% de fibres de carbone présentent des propriétés mécaniques élevées, c'est-à-dire une rigidité et une résistance les plus élevés. Cependant, il est intéressant de noter l'effet de l'ajout des fibres de lin. En effet, le prix de la fibre de lin est moins élevé que celui de la fibre de carbone. Par conséquent, l'ajout d'une petite quantité de fibres de lin permet de réduire sensiblement le coût du composite fini ainsi que son poids. Ceci se fait au détriment des propriétés mécaniques principales. Cependant, les propriétés d'amortissement des hybrides sont améliorées : une

augmentation de 2,5 fois des propriétés d'amortissement peut être obtenue si 75% des fibres de carbone sont remplacés par des fibres de lin.

Les matériaux composites à fibres hybrides lin/carbone peuvent être une solution adéquate dans les applications où une réduction des propriétés mécaniques ne perturbe pas le bon fonctionnement et constitue un compromis acceptable pour l'augmentation des propriétés d'amortissement et la réduction des coûts.



Figure 1.16 – Résultats des propriétés des composites hybrides lin/carbone (Longana et al., 2018).

1.4 Analyse et suivi des mécanismes d'endommagement des matériaux composites

1.4.1 Analyse des mécanismes d'endommagement

Un matériau composite, sollicité sous chargement statique ou dynamique, subit des endommagements irréversibles plus ou moins importants. Ces endommagements sont liés aux dégradations engendrées par les chargements, et aussi des défauts créés lors de la fabrication du matériau. L'endommagement engendre alors une diminution des caractéristiques mécaniques de la structure et mène à sa ruine. Les modes de dégradation se développent en fonction de la nature du stratifié, des séquences d'empilement et des conditions de chargement mécanique imposées.



Figure 1.17 – Mécanismes de rupture observés dans un stratifié composite (El Mahi, 1991, Rebière, 1992 et Berthelot, 2005).

Il a été démontré dans la littérature (Payan, 2004; Masmoudi, 2013; Kersani *et al.*, 2015; Liu *et al.*, 2008) que les mécanismes d'endommagement sont assez typiques et se manifestent en premier par la fissuration matricielle transversale, suivie par la fissuration longitudinale et par la décohésion fibre-matrice. Le délaminage inter-plis ainsi que la rupture des fibres arrivent peu de temps avant la ruine finale du stratifié (Figure 1.17).

1.4.1.1 La fissuration matricielle

L'apparition des micro-fissurations de la matrice est généralement le premier mode d'endommagement observé. Ce mode se manifeste dans les régions où l'hétérogénéité est importante, en présence de porosités ou bien d'inclusions. Ces défauts ont tendance à créer des régions de concentration de contraintes au niveau desquelles les microfissures apparaissent dans la matrice. Ce phénomène de rupture se déroule généralement en deux étapes : dans la première étape, des microfissures apparaissent au niveau de certains défauts présents dans la matrice (porosités, inclusions...). Ensuite, une propagation de fissures suivant la direction perpendiculaire au sens de chargement. La fissuration de la matrice peut se produire alors sous deux formes, soit par fissuration transverse lorsque la contrainte de traction dans la matrice atteint la contrainte à la rupture de la matrice, soit par fissuration longitudinale lorsque la contrainte de cisaillement dans la matrice atteint la contrainte à la rupture de la matrice atteint la contrainte de cisaillement dans la matrice (Figure 1.18.a).

1.4.1.2 Décohésion fibre-matrice

Après avoir choisi les constituants (matrice et fibres) avec soin et élaborer le composite, l'interface fibre/matrice issue de leur interaction ne peut pas être totalement maitrisée surtout dans le cas des composites renforcés par des fibres naturelles. En général, la compatibilité chimique entre les fibres et la matrice est assez faible pour ces dernières fibres. La décohésion fibre/matrice se crée entre le renfort et la matrice dans la zone de transfert de charges à l'interface entre eux (Figure 1.18.b). La décohésion dépend essentiellement de la résistance relative de chaque composant (Sawadogo, 2009). Généralement, selon la qualité de l'adhérence de l'interface, la décohésion peut survenir dans deux cas :

- lorsque l'adhérence fibre-matrice est faible ou bien si la cohésion est inférieure à la contrainte de cisaillement à la rupture de la matrice.
- lorsque l'adhérence fibre-matrice est élevée, la décohésion est initiée par la rupture des fibres ou par la rupture de la matrice.

1.4.1.3 Délaminage inter-plis

Malgré les propriétés importantes des matériaux composites dans le plan, il peut exister un problème propre aux stratifiés qui est le délaminage inter-plis. Ce type d'endommagement est caractérisé par un décollement qui se produit au niveau de l'interface entre deux couches ayant les mêmes ou différentes directions de fibres. Le délaminage est habituellement caractérisé par des fissures qui se propagent généralement selon un front dans une zone riche en résine. Il est essentiellement le résultat d'une chronologie de différents types d'endommagement. Ce type d'endommagement contribue d'une manière significative à la dégradation des propriétés mécaniques de la structure. Généralement, la surface délaminée montre des ruptures de la matrice et des décohésions entre fibre/matrice (Figure 1.18.c). Ce mode d'endommagement apparait proche de la ruine finale du stratifié. Lorsque le délaminage est observé, le stratifié est inutilisable.

1.4.1.4 Rupture des fibres

La rupture de fibres résulte après une concentration de contraintes provoquée par les modes d'endommagement décrits précédemment (fissuration matricielle et décohésion fibre/matrice). En général, elle se produit souvent à un niveau avancé de l'endommagement lorsque l'orientation des fibres dans les plis coïncide avec la direction de la sollicitation du matériau. Ce mécanisme d'endommagement a lieu lorsque la contrainte appliquée atteint la contrainte à

la rupture des fibres. Une instabilité et une perte de résistance globale du matériau sont provoquées par une accumulation de plusieurs ruptures de fibres dans le matériau, ce qui conduit à la rupture totale de la structure (Figure 1.18.d). Ce mécanisme est généralement provoqué par une rupture en traction, un micro-flambage en compression, ou une combinaison des deux.



Figure 1.18 – Exemples des différents mécanismes d'endommagements : a) Fissuration matricielle, b) décohésion fibre-matrice, c) délaminage et d) rupture des fibres (Scholze, 1980 ; Ben Ammar, 2014).

1.4.2 Détection et suivie des mécanismes d'endommagement en utilisant la méthode d'émission acoustique

L'endommagement des matériaux composites commence dès l'apparition des micro-défauts locaux. Ainsi, les endommagements détectés se développent et se multiplient lorsque la contrainte de la sollicitation atteint la limite à la rupture de l'un des constituants (la matrice ou les fibres) ou celle de l'interface (fibre/matrice ou entre les différentes couches du stratifié) jusqu'à provoquer la rupture totale du matériau. En utilisant la technique d'Emission Acoustique (EA), la propagation des mécanismes d'endommagement peut être alors suivie lors des essais mécaniques (Masmoudi *et al.*, 2016 ; Monti, 2016 ; Saidane *et al.*, 2017).

1.4.2.1 Définition de l'émission acoustique

La technique de l'EA est utilisée comme outil de Contrôle Non Destructif (CND) pour suivre l'évolution des mécanismes d'endommagement de différents matériaux composites. Cette technique est définie comme étant un phénomène de propagation d'ondes dans les matériaux (Bravo et al., 2013). En effet, lorsque la structure étudiée subit une sollicitation, les microdéplacements locaux internes à un matériau entraînent une création d'ondes élastiques transitoires (Roget, 1988). Ces ondes qui représentent les sources d'EA, sont alors créées des différents mécanismes d'endommagements (Marec, 2008). Ces sources peuvent être dû à la transformation de phase, aux mouvements des dislocations, et aussi à la création et la croissance de micro-fissures (Shaira, 2006). D'un point de vue énergétique, lorsque le champ de contrainte varie brusquement, une dissipation d'énergie sera créée. En revanche, l'énergie reçue par un capteur d'EA est faible même si une partie importante de l'énergie contribue à la création d'ondes élastiques. La partie de l'énergie convertie en EA peut dépendre non seulement de la nature de la source, mais aussi de son environnement dans le matériau (Beattie, 1983; Eitzen et al., 1984). Les ondes se propagent dans le matériau et avant d'atteindre la surface de l'éprouvette étudié, elles peuvent subir des éventuelles modifications. L'onde qui arrive à la surface sera recueillie par un capteur piézoélectrique, puis amplifiée, et enfin fournit le signal d'émission acoustique. La sortie du signal d'émission acoustique est appelée « salve ». Ainsi, la figure 1.19 présente la chaine d'EA.



Figure 1.19 – Suivi de l'endommagement par émission acoustique (Masmoudi et al., 2016).

1.4.2.2 Identification des sources d'EA dans les matériaux composites

La technique d'EA est fréquemment utilisée dans différents travaux de recherche pour surveiller en temps réel la propagation des endommagements dans les structures composites soumises à différents types de charges (Dahmene et al., 2015). Dans ce contexte, l'effet de regroupement a été étudié afin de déterminer les différents types d'endommagements (fissuration matricielle, décohésion de l'interface fibre-matrice, délaminage, déchaussement et rupture des fibres) survenus dans les stratifiés. Par conséquent, l'utilisation d'une telle méthode nécessite une compréhension juste des relations entre les mécanismes d'endommagements et les signaux enregistrés. Différentes méthodes d'analyse des signaux d'EA ont été utilisées dans la littérature, telles que la bande de fréquence, les coups cumulés, les plages d'amplitudes et l'énergie d'EA ou une combinaison de plusieurs paramètres d'EA. Huguet (2002) a identifié et caractérisé les différents mécanismes d'endommagement dans les composites en fibres de verre en utilisant un outil statistique (carte de Kohonen) pour classer les événements via plusieurs paramètres d'EA tels que l'amplitude, les coups cumulés, la durée, l'énergie et le temps de montée. Ces paramètres sont déterminés à partir des formes d'onde des données d'EA. Masmoudi et al. (2013) ont utilisé une autre analyse statistique multi-paramétrique afin de discriminer et d'identifier les modes d'endommagement dans les stratifiés de fibre de verre. Ils ont utilisé une analyse de reconnaissance à partir d'un modèle non supervisé (classification des k-moyennes) basée sur des paramètres d'EA.

Différents mécanismes d'endommagement des composites en fibres de lin ont été également identifiés dans plusieurs travaux (Monti, 2016; Haggui *et al.*, 2018; Habibi *et al.*, 2017; El Mahi *et al.*, 2010; Romhany *et al.*, 2003). D'après les travaux et la revue réalisé par Monti (2016), les événements d'EA peuvent être classés en fonction de leurs amplitudes. Ainsi, les plages d'amplitudes d'EA allant de 35 à 60 dB sont attribuées à la fissuration de la matrice. Les amplitudes comprises entre 45 et 70 dB sont attribuées à la décohésion d'interface matrice-fibres. Les amplitudes de délaminage sont comprises entre 50 dB et 80 dB. Les amplitudes comprises entre 60 et 100 dB sont généralement attribuées au déchaussement et à la rupture des fibres. Selon le type de matrice et de fibres utilisées, les plages de ces intervalles peuvent changer.

D'autres travaux portent sur la classification des mécanismes d'endommagement des composites stratifiés carbone/époxyde. Aggelis *et al.* (2018) ont classé les mécanismes d'endommagement des composites en fibres de carbone en utilisant les fréquences des signaux d'EA obtenus. Ainsi, la plage de fréquences allant de 100 à 250 kHz est attribuée à la fissuration

de la matrice, la décohésion fibre-matrice correspond à une plage de 320-380 kHz, les fréquences de délaminage sont comprises entre 380 et 420 kHz et les fréquences de la rupture des fibres sont comprises entre 420 et 500 kHz. Bussiba et al. (2008) ont classé les mécanismes d'endommagement des composites en fibres de carbone, lors des essais cycliques, avec la technique d'émission acoustique. Ils ont suivi l'évolution des endommagements à travers le taux des coups des signaux d'EA et le nombre de coups cumulés. Ils ont découvert trois mécanismes de rupture : la fissuration matricielle, la décohésion fibres-matrice et la rupture des fibres. Barnes et al. (1998) ont caractérisé les modes de dégradation survenus dans les tuyaux renforcés en fibres de carbone en utilisant une corrélation entre l'amplitude et la durée d'un événement. Ils ont constaté qu'une durée élevée et une amplitude intermédiaire correspond à une décohésion fibres-matrice et qu'une durée élevée et une amplitude élevée correspond à une rupture des fibres. Baker et al. (2015) ont révélé l'initiation et la propagation de la fissuration de la matrice dans des stratifiés à matrice époxyde renforcées de fibres de carbone. Ils ont utilisé la forme d'onde, l'énergie et la fréquence des événements pour identifier la fissuration de la matrice. Fotouhi et al. (2016) ont étudié les modes d'endommagement survenant dans les stratifiés hybrides verre-carbone à couche mince et unidirectionnels par émission acoustique. Ils ont utilisé un critère basé sur l'amplitude et l'énergie des événements d'EA. Saidane et al. (2017) ont testé des composites hybrides lin-verre afin d'évaluer les mécanismes d'endommagement survenant au cours d'essais de traction. Leurs résultats ont montré que tous les stratifiés étudiés présentaient trois classes de signaux d'EA : fissuration de la matrice, décohésion fibres-matrice et rupture des fibres.

1.5 Conclusion

Ce chapitre présente une étude bibliographique réalisée dans le but de connaitre les matériaux composites et leurs constituants. L'objectif est de constituer une base de connaissances sur les propriétés des fibres synthétiques et naturelles de différents matériaux composites. D'autre part, cette étude de littérature a permis de mettre en évidence les diverses propriétés des fibres de carbone et de lin. Les fibres de carbone sont influencées par leurs conditions de fabrication alors que les fibres végétales sont influencées par leurs microstructures. Aussi, les propriétés des matrices époxydes ont été présentés. Pour faire face aux problèmes de l'utilisation de chaque nature de fibres tout seul, plusieurs travaux ont suggéré l'hybridation des fibres naturelles avec les fibres synthétiques. Les notions et les définitions principales relatives aux composites à fibres hybrides sont rappelées. Puis l'effet de

l'hybridation sur les propriétés des matériaux composites est décrit. Un compromis, trouvé entre le contenu en fibres de lin et en fibres de carbone, a permis de s'orienter vers la réalisation des structures composites à fibres hybrides lin/carbone à matrice thermodurcissable. Par la suite, les différents mécanismes d'endommagement qui se créaient et se propagent dans les matériaux composites sont exposés. Enfin, la méthode de contrôle non destructives par émission acoustique est présentée. Une revue bibliographique a été effectuée sur l'utilisation de cette méthode qui présente l'identification des mécanismes d'endommagement. Nous nous intéressons dans le cadre de ce travail à la méthode de classification des k-moyennes qui sera utilisée pour identifier, analyser et suivre l'évolution des mécanismes d'endommagement dans nos matériaux sous différentes sollicitations. Les nombreuses études présentées dans ce chapitre ont montré que l'hybridation des fibres végétales avec des fibres synthétiques, telles que le carbone, a significativement amélioré les propriétés mécaniques des matériaux composites hybrides. En revanche, les propriétés mécaniques, les mécanismes d'endommagement, les propriétés en fatigue et le comportement vibratoire de ces matériaux composites hybrides lin/carbone restent peu discutées.

Chapitre 2.

Matériaux composites de l'étude

Résumé

Ce chapitre présente les caractéristiques générales des composites non-hybrides et hybrides de l'étude. Dans un premier temps, les différentes propriétés des constituants de ces matériaux composites ont été présentées. Par la suite, une description de leur procédé de mise en œuvre a été présenté. Ainsi, ils ont été fabriqués par imprégnation des fibres longues de lin et de carbone avec la résine époxyde par moulage au contact sous vide. Dans un second temps, les caractéristiques générales des composites non-hybrides et hybrides ont été étudiées, notamment leurs microstructures, leurs taux de fibres et de porosité.

2.1 Introduction

Les matériaux composites à base de fibres naturelles deviennent de plus en plus un choix attractif dans diverses applications industrielles en raison de leurs rapports rigidité-poids et résistance-poids élevés. En s'appuyant sur l'étude bibliographique réalisée précédemment, le pouvoir intrinsèque des fibres naturelles à dissiper l'énergie mécanique et vibratoire est très important. En outre, les résines thermodurcissables avec les fibres de lin présentent un comportement non linéaire lorsqu'elles sont soumises à un chargement (Newman *et al.*, 2012; Hughes *et al.*, 2007). Cette réponse non linéaire entraîne aussi une perte d'énergie (Fereshteh-Saniee *et al.*, 2005). Ceci est bénéfique pour diverses applications telles que les équipements de sport où lorsqu'un amortissement de vibration est demandé.

Cependant, les composites à fibres naturelles ont généralement des propriétés mécaniques (par exemple la rigidité) inférieures en les comparant à leurs homologues synthétiques. Ces faibles propriétés mécaniques présentent une entrave majeure pour développer des produits de hautes performances. La méthode qui consiste à associer les fibres naturelles avec des fibres synthétiques pour augmenter leurs performances mécaniques fait l'objet de cette étude.

En effet ce travail s'intéresse à l'hybridation des fibres de carbone avec les fibres de lin. Ainsi, ce processus offre un bon potentiel au développement des composites à haute rigidité dans diverses applications structurelles et sportives. En cherchant le rapport optimal entre les fibres de lin/carbone afin d'atteindre les performances souhaitées, des chercheurs et concepteurs industriels pourront cibler certaines propriétés. Quelques exemples peuvent être citer dans ce cadre. En effet, Museeuw Bikes, qui est une entreprise de vélos, incorpore des fibres de lin (Flaxpreg® 2.0) et des fibres de carbone dans les cadres de ses vélos professionnels. Ils utilisent les fibres de lin pour leur avantage d'absorption des vibrations afin de garantir le confort à leurs utilisateurs. Artengo, est une autre entreprise française qui utilise les fibres de lin dans ses raquettes de tennis pour améliorer leurs performances et leur confort. Ces produits sont connus par leurs respects à l'environnement et à la santé humaine (diminution des risques sur les muscles et les articulations). Enfin, ils ont trouvé qu'avec une fraction volumique de 15% en fibres de lin par rapport aux raquettes, la performance et le confort sont à la fois garantit.

2.2 Les composites étudiés

2.2.1 Constituants des composites

Les composites non-hybrides étudiés dans ce travail sont des stratifiés constitués de fibres de lin et de carbone. Pour les matériaux hybrides, on utilise différentes séquences d'empilement des couches de lin et de carbone en les imprégnant avec la résine époxyde.

2.2.1.1 Les renforts fibreux de carbone

Les fibres de carbone utilisées dans ce travail sont des plis tissés d'armure unidirectionnelle (UD) (Figure 2.1). Ces fibres de carbone de haute résistance HR sont fournies par la société SICOMIN sous forme de rouleaux de tissus secs.



Figure 2.1 – Rouleau de renfort UD de tissé carbone HR 300 g/m².

En effet, dans ce tissus UD, des fils de trame ont été ajoutés pour maintenir les fibres en position. Ces tissus ont une densité surfacique de 300 g/m². Ils sont conseillés pour les pièces composites qui devaient subir des contraintes mécaniques élevées avec un minimum de poids. Les propriétés mécaniques de ces fibres de carbone sont récapitulées dans le tableau 2.1. Les fibres de carbone élémentaires présentent différents diamètres dans l'intervalle [5-7 μ m].

 Tableau 2.1 – Propriétés mécaniques des fibres de carbone (données du fabricant Sicomin).

Grandeur	ρ (kg.m ⁻³)	E (GPa)	σ _r (MPa)	ε _r (%)
Valeur	1800	200	4900	2,1

2.2.1.2 Les renforts fibreux de lin

Le renfort en fibres de lin utilisé dans ce travail se présente sous forme de plis de fibres longues et unidirectionnelles. Les fibres de lin sont fournies par la société LINEO, commercialisé sous forme de rouleaux sous le nom de FlaxTape (Figure 2.2). Elles sont exclusivement unidirectionnelles (UD). En effet, aucun fil de trame n'a été ajouté pour maintenir les fibres en position comme on le trouve habituellement pour certains tissus UD. Ces fibres ont une densité surfacique de 200 g/m² (Khalfallah *et al.*, 2014).



Figure 2.2 – Rouleau de renfort UD de FlaxTape 200.

Des observations de plusieurs mèches de fibres prélevées d'un rouleau de FlaxTape ont été effectuées au microscope électronique à balayage par Monti, (2016). Sur les photos présentées en figure 2.3, on peut distinguer clairement les fibres élémentaires qui présentent différents diamètres dans l'intervalle [15-30 μ m]. D'autre part, certains faisceaux de fibres unitaires (aussi appelés fibres techniques) présentent un diamètre pouvant dépasser 100 μ m. De plus, d'après la figure 2.3.a on peut confirmer que les fibres unitaires ne sont pas cylindriques et uniformes. En effet, ils présentent une géométrie très variable sur la longueur. Enfin, il est visible que les fibres techniques sont entourées d'une couche de matière organique qui correspond certainement à des résidus de la tige. Le tableau 2.2 présente les propriétés mécaniques des fibres de lin.

Tableau 2.2 – les propriétés mécaniques principales des fibres de lin (Khalfallah et al., 2014;Baley, 2002; Baley et al., 2014; Poilâne et al., 2014).

Grandeur	ρ (kg.m ⁻³)	E (GPa)	σ_r (MPa)	ε _r (%)
Intervalle	1450-1550	27,6-75	345-1035	1,35-3,5



Figure 2.3 – Observations microscopiques des fibres de lin du FlaxTape (Monti, 2016; Baley et al., 2014).

2.2.1.3 La résine époxyde

La matrice utilisée dans ce travail est un système époxyde thermodurcissable composé de la résine époxyde SR 1500 mélangée avec le durcisseur SD 2505 dans un rapport de dosage en gramme de 100/33 (Figure 2.4). Ces deux éléments sont fournis par la société SICOMIN. Cette résine époxyde est non cristallisante, de faible toxicité et durci à la température ambiante. Elle présente un fort pouvoir mouillant et débullant.



Figure 2.4 – La résine époxyde.

Le mélange de ces deux composantes s'effectue à température ambiante et à pression atmosphérique. Il nécessite une agitation uniforme et continue, pour ne pas créer des bulles d'air dans le mélange, durant quelques minutes afin d'homogénéiser l'ensemble. Les propriétés mécaniques de cette résine sont récapitulées dans le tableau 2.3.

Propriétés	SR 1500	/SD 2505	Norm	Normes	
Densité à 20°C (kg/m ³)	1,13 ± 0,01		NF EN ISO 2811-1		
Propriétés en traction	Propriétés en flexion				
NF T 51-034		NF T51-001			
Module d'Young, E (GPa)	2,9-3,1	Modul	e (GPa)	3,1-3,2	
Résistance maximale, σ _r (MPa)	74-77	Résistance ma	aximale (MPa)	115	
Allongement à la rupture, ε_r (%)	4,5	Allongement	à la rupture (%)	7,7-8	

Tableau 2.3 – Pro	priétés mécanie	ques de la résine	époxyde (d	lonnées du	fabricant S	icomin).
-------------------	-----------------	-------------------	------------	------------	-------------	----------

2.2.2 Mise en œuvre des matériaux composites

Plusieurs techniques de mise en œuvre des matériaux composites existent dans la littérature telles que les procédés de moulage par injection, infusion sous vide et moulage au contact. Dans le cadre de cette étude, nous avons opté pour le procédé de moulage au contact sous vide par la technique dite « du sac » pour la fabrication des différents matériaux composites. La mise en œuvre de tous les échantillons a été réalisée au sein du Laboratoire d'Acoustique de l'Université du Mans (LAUM). Différents matériaux composites stratifiés, composés de six et de douze couches, ont été réalisés. A titre d'exemple, la figure 2.5 présente la séquence d'empilement des stratifiés composés de six couches : non hybrides ($[L_3]_s$ et $[C_3]_s$) et hybrides ($[C_2/L]_s$, $[C/L_2]_s$, $[L/C_2]_s$ et $[L_2/C]_s$).

Tout d'abord, les fibres ont été découpées du rouleau sous forme de couches rectangulaire de dimension 400 x 400 mm. Les fibres de lin ont été séchées dans une étuve pendant une heure à 110°C, pour éliminer au maximum la quantité d'eau existant au sein des fibres et améliorer leurs propriétés mécaniques (Baley *et al.*, 2012). Cependant, les fibres de carbone ont été utilisées sans modification. Ensuite, les couches de carbone et de lin ont été imprégnées entre un moule et un contre moule selon la séquence d'empilement souhaitée en utilisant une méthode de dépose manuelle avec la résine à température ambiante de 20°C (Figure 2.6). Le tissu de démoulage et différents agents ont été interposés de part et d'autre de la plaque stratifiée entre le moule et le composite : la cire (Cirex FK 1000P), un tissu d'arrachage (Peeltex) suivi d'un film plastique perforé (Perforex), commercialisés par SICOMIN. Ces tissus utilisés permettent de faciliter le démoulage du composite, d'assurer l'homogénéité de l'absorption de la résine,

ainsi d'obtenir une surface bien plane du composite. Par la suite, on met les plaques obtenues sous vide dans un sac bien étanche avec une dépression de 50 kPa pendant 7 heures.



Figure 2.5 – Exemple de séquence d'empilements des composites stratifiés de six couches.



Figure 2.6 – Mise en place du procédé de fabrication des matériaux composites.

Les plaques obtenues après démoulage sont exposées à la température ambiante pendant au moins deux jours pour s'assurer de la polymérisation de la résine. Par la suite, les éprouvettes ont été découpées des plaques composites avec une scie à ruban diamantée à grande vitesse.

Aucun liquide de lubrification n'a été utilisé lors de la découpe des éprouvettes, afin d'éviter l'absorption d'humidité surtout par les fibres naturelles. Les éprouvettes composées de six couches sont découpées suivant 7 orientations ($\theta = 0^\circ$, 15°, 30°, 45°, 60°, 75° et 90°) comme il est indiqué dans la figure 2.7 et les éprouvettes composées de douze couches sont découpées suivant la direction longitudinale des fibres dans l'orientation $\theta = 0^\circ$. Après la découpe, les bords ont été légèrement polis avec du papier de verre taille des grains.



Figure 2.7 – Les orientations de découpes.

Les tableau 2.4 et tableau 2.5 présentent les différents stratifiés élaborés avec six couches (Tableau 2.4) et douze couches symétriques (Tableau 2.5), respectivement. Pour chaque matériau, le nombre de couche, la séquence d'empilement ainsi que l'épaisseur *h* sont présentés. Les stratifiés avec six couches, nous permettant d'étudier quatre configurations hybrides et deux non-hybrides, ont été testés en traction et en vibration. Cependant, les stratifiés avec douze couches dont chaque couche des stratifiés précédents (Tableau 2.4) est doublée pour obtenir des éprouvettes plus épaisses, ont été testés en flexion.

Tableau 2.4 – Désignation et épaisseurs des différents composites non-hybrides et
hybrides lin/carbone.

Matériaux	Nombre d	e couches	Séquence	Epaisseur h
composites	L	С	d'empilement	(mm)
[L ₃] _s	6	0	L/L/L/L/L/L	3,10
$[L_2/C]_s$	4	2	L/L/C/C/L/L	2,80
$[L/C_2]_s$	2	4	L/C/C/C/C/L	2,40
$[C/L_2]_s$	4	2	C/L/L/L/C	2,80
$[C_2/L]_s$	2	4	C/C/L/L/C/C	2,40
[C ₃] _s	0	6	C/C/C/C/C/C	2,05

Matériaux	Nombre d	le couches	Céqueres d'empilement	Ensissen h (mm)	
composites	L	С	Sequence d'empliement	Epaisseur n (mm)	
$[L_6]_s$	12	0	L/L/L/L/L/L/L/L/L/L/L/L/L/L/L/L/L/L/L/	6,00	
$[L_4/C_2]_s$	8	4	L/L/L/C/C/C/C/L/L/L/L	4,90	
$[L_2/C_4]_s$	4	8	L/L/C/C/C/C/C/C/C/L/L	4,20	
$[C_2/L_4]_s$	8	4	C/C/L/L/L/L/L/L/L/C/C	4,90	
$[C_4/L_2]_s$	4	8	C/C/C/C/L/L/L/L/C/C/C/C	4,20	
$[C_6]_s$	0	12	C/C/C/C/C/C/C/C/C/C/C/C	3,30	

Tableau 2.5 – Désignation et épaisseurs des différents composites non-hybrides et hybrides lin/carbone.

2.3 Caractéristiques générales

2.3.1 Etude de la microstructure

L'étude de la microstructure constitue la première étape vers la caractérisation mécanique d'un matériau composite. En effet, elle met en évidence l'organisation du renfort dans la matrice, aussi les éventuels problèmes d'interfaces entre les fibres et la matrice ou encore la présence ou non de porosités. Dans cette partie, des observations microscopiques ont été effectuées sur des sections de composites non hybrides et hybrides. Différents échantillons de dimensions (2 cm x 2 cm x h) ont été découpés à partir des différentes plaques fabriquées dans le paragraphe 2.2.2. Par la suite, les surfaces frontales des échantillons ont été polis jusqu'à la disparition des rayures de polissage visibles au microscope optique ou binoculaire (Figure 2.8).



Figure 2.8 – Vue frontale des différents stratifiés composés de six couches.

Ces échantillons ont par la suite été couverts avec une couche fine d'or. Enfin, les sections obtenues ont été visualisées et analysées au Microscope Electronique à Balayage (MEB) de type « HITACHI_S-3200N » (Figure 2.9). Ce microscope utilise la technique du vide poussé, sa puissance est de l'ordre de 15 kV.



Figure 2.9 – Microscope électronique à balayage utilisé.

Les micrographies obtenues à partir des composites sains (Figure 2.10 à Figure 2.13) ont été analysées. L'analyse a été effectuée sur un champ large des stratifiés lin-époxyde et carbone-époxyde (Figure 2.10). Cette figure montre une répartition globale quasi-uniforme des fibres dans la matrice ainsi que la présence de quelques zones de porosité. La figure 2.11 montre un agrandissement plus important réalisé pour analyser la microstructure d'une façon plus fine. La figure 2.11.a montre la présence de faisceaux de fibres unitaires (fibre en paquets), ainsi que des fibres élémentaires bien séparées et entourées de résines qui adhèrent mieux à la résine que celles en paquets. La présence des fibres en paquets est souvent observée pour les composites à fibres naturelles. Ceci est dus essentiellement à la mauvaise compatibilité entre les fibres hydrophiles et la matrice hydrophobe. Les noyaux des fibres de lin sont également bien visibles.

Enfin, on peut remarquer quelques zones de porosités et de décohésion fibres-matrice qui sont bien agrandies dans les figure 2.11.a et figure 2.11.b. Ces défauts résultent de la fabrication et restent néanmoins assez rare d'exister.



Figure 2.10 – *Vue globale des composites stratifiés a) lin-époxyde* $[L_3]_s$ *et b) carbone-époxyde* $[C_3]_s$.



Figure 2.11 – Observations microscopiques en vue proche des composites stratifiés a) lin-époxyde [L₃]_s et b) carbone-époxyde [C₃]_s.

Dans un second temps, l'analyse a été réalisée sur plusieurs sections des composites hybrides, comme montré sur les figure 2.12 et figure 2.13. Les figures présentent les mêmes observations déduites que précédemment. Ainsi, une bonne adhésion au niveau de l'interface lin/carbone a été observée (Figure 2.13, étiquette 1). Ces figures montrent également quelques défauts de délaminage entre les deux couches de lin et de carbone (Figure 2.13.a, étiquette 2).



Figure 2.12 – *Vue globale des composites hybrides a) couches de lin à l'intérieur et b) couches de lin à l'extérieur.*



Figure 2.13 – Observations microscopiques de l'interface des matériaux composites hybrides.

2.3.2 Taux de renfort et taux de porosité

Afin de déterminer le taux de renfort (fraction volumique) et de porosité d'un composite, une approximation couramment utilisée consiste au début à calculer le taux massique des fibres dans un échantillon, connaissant son volume, la masse surfacique du renfort, le nombre de couche et aussi sa masse volumique. Cependant, ces deux dernières grandeurs peuvent être très variables, provoquant une certaine dispersion des résultats obtenus. La fraction volumique de fibres d'un matériau composite est alors calculée à partir des valeurs des masses et des volumes de cinq échantillons de (2 cm x 2 cm) prélevés de plusieurs plaques UD. Par la suite, le taux de porosité peut être déduit des fractions obtenues. La fraction massique φ_m de fibres a été estimée par :

$$\varphi_m = \frac{m_f}{m_c} = \frac{NS\rho_s}{m_c} \tag{2.1}$$

Avec *N* le nombre de couches de lin ou de carbone utilisés, *S* la surface de l'échantillon, ρ_s est la masse surfacique des renforts (200 g/m² pour le lin et 300 g/m² pour le carbone), m_f est la masse des fibres et m_c est la masse du composite. Ensuite, la fraction volumique de fibres φ_v a été calculée par :

$$\frac{1}{\varphi_{v}} = \frac{\rho_{f}}{\rho_{m}} \left(\frac{1}{\varphi_{m}} - 1 \right) + 1$$
(2.2)

Où ρ_m est la masse volumique de la matrice (1000 Kg/m³) et ρ_f est la masse volumique des fibres (entre 1450 et 1550 Kg/m³ pour les fibres de lin et 1800 Kg/m³ pour les fibres de carbone). La valeur de φ_v est incertaine car la densité moyenne des fibres de lin (couche de fibres non tissées) peut dépendre de la distribution sur la plaque composite. Ainsi, selon les équations (1) et (2), les φ_v ont été obtenues en valeurs moyennes de 32% et 55%, respectivement, pour les échantillons en fibres de lin et de carbone. Quant aux matériaux hybrides, la relation devient :

$$\frac{1}{\varphi_{v}} = \frac{\rho_{f1}\rho_{f2}}{\rho_{m}} \left(\frac{m_{c} - m_{f1} - m_{f2}}{m_{f1}\rho_{f2} + m_{f2}\rho_{f1}} \right) + 1$$
(2.3)

Avec m_{f1} et m_{f2} (ρ_{f1} et ρ_{f2}) sont les masses (masses volumiques) respectives des deux fibres constituants le matériau composite hybride.

Enfin, le taux de porosité des matériaux a été calculé en comparant la densité mesurée du composite et sa valeur théorique calculée à partir de la fraction volumique de la matrice et celle des fibres. Le taux de porosité V_{ν} dans le matériau est donnée par :

$$V_{\nu} = 1 - \rho_c \left(\frac{\varphi_m}{\rho_f} + \frac{1 - \varphi_m}{\rho_m} \right)$$
(2.4)

Le tableau 2.6 et le tableau 2.7 présentent les fractions volumiques et les taux de porosité des composites non-hybrides et hybrides lin/carbone.

Matériaux composites	Densité (kg/m ³)	Fraction volumique des Fibres φ_v		Taux de porosité V_{y}
		Lin	Carbon	_ ,
$[L_3]_s$	1140 (0,86%)	0,32	0,00	0,08-0,11
[C ₃] _s	1340 (1,85%)	0,00	0,55	0,13-0,14

 Tableau 2.6 – Caractéristiques des matériaux composites non-hybrides lin et carbone.

	Tableau 2.7 – Caractéri	stiques des m	atériaux compo.	sites hybrides	lin/carbone.
--	-------------------------	---------------	-----------------	----------------	--------------

Matériaux composites	Densité (kg/m ³)	Fraction volumique des Fibres φ_v		
1		Lin	Carbon	
$[L_2/C]_s$	1181 (3,6%)	0,22	0,19	
[L/C ₂] _s	1266 (2,5%)	0,12	0,37	
$[C/L_2]_s$	1175 (1,9%)	0,22	0,19	
$[C_2/L]_s$	1234 (0,9%)	0,12	0,37	

2.4 Conclusion

Dans ce chapitre, les caractéristiques des fibres de lin et de carbone, ainsi que celles de la résine époxyde utilisées dans la fabrication des matériaux composites de l'étude ont été présentées. Par la suite, le procédé de moulage au contact utilisé pour la mise en œuvre des plaques composites non hybrides et hybrides a été présenté. Deux différentes séries de plaques ont été fabriqués Enfin, les caractéristiques micro-structurelles ont d'abord été analysées, ainsi que leurs propriétés physiques générales. Les dimensions des épaisseurs des différents matériaux, les fractions volumiques et les porosités sont également déterminées.

Chapitre 3.

Comportement mécanique en statique des composites nonhybrides et hybrides lin/carbone

Résumé

Ce chapitre présente une caractérisation quasi-statique du comportement mécanique des composites lin-époxyde, carbone-époxyde et hybride lin/carbone. Dans un premier temps, des essais de traction quasi-statiques ont été effectués sur des éprouvettes unidirectionnelles (UD) en fibres de lin et de carbone, sollicitées avec des orientations de 0°, 45° et 90° afin de déterminer les caractéristiques d'une couche unidirectionnelle. Par la suite, des essais quasistatiques ont été réalisés sur des composites à renfort UD hybrides, sollicitées dans la direction des fibres. Ainsi, l'effet de l'hybridation sur les propriétés élastiques en traction statique a été évalué. Les essais quasi-statique réalisés sur les composites non hybrides et hybrides lin/carbone ont été suivis par émission acoustique (EA). Le contrôle par EA a été effectué dans le but d'identifier les mécanismes d'endommagement apparaissant pendant l'essai et de suivre leurs évolutions. Ainsi, pour les différentes configurations analysées, quatre classes d'événements acoustiques ont été détectées. Des études macro et microscopiques des faciès de rupture ont été effectuées pour proposer une corrélation entre les classes d'EA enregistrées et les endommagements observés. Dans un deuxième temps, une caractérisation expérimentale du comportement mécanique en statique des composites non-hybrides et hybrides lin/carbone sollicité en flexion, a été réalisée. Il s'agit en effet d'un des principaux modes de sollicitation de ce type de structure hybride. Des essais de flexion 3-points monotone sont menés sur des éprouvettes avec différentes séquences d'empilement. Leurs caractéristiques élastiques obtenues sont évaluées en fonction de la séquence d'empilement du composite et comparées entre eux. Enfin, l'effet de l'hybridation a été investigué.

3.1 Introduction

Dans ce chapitre, les stratifiés non-hybrides et hybrides présentant différentes séquences d'empilement ont été testés en statique sous une sollicitation de traction. Les éprouvettes testées sont constituées de plis unidirectionnels en fibres de lin et de carbone et d'une matrice époxyde. Elles sont élaborées par le procédé de moulage au contact sous vide. Au début, les éprouvettes ont été testées sous chargement statique en traction mécanique.

En plus de l'importance des propriétés mécaniques dans le choix d'un matériau composite pour une application particulière, il convient de prendre en compte tous les mécanismes d'endommagement. En effet, le suivie des essais a été réalisé par la technique d'émission acoustique (EA) afin d'identifier les évolutions des mécanismes d'endommagement. L'identification est réalisée en utilisant une classification non supervisée avec une technique statistique multivariable. En effet, les événements enregistrés sont classés avec l'algorithme des k-moyennes basé sur les paramètres de classification temporelle. L'évolution des mécanismes d'endommagement a été analysée en utilisant l'amplitude, le nombre de coups cumulés et la contribution de l'énergie acoustique. La microscopie post-test est réalisée sur des échantillons ayant été endommagés. Enfin, les classes d'EA obtenues ont été corrélées avec les évènements observés au microscope électronique à balayage (MEB) afin d'identifier les mécanismes d'endommagement observés.

3.2 Moyens de caractérisation

3.2.1 Essais de traction

Dans le but de caractériser et de déterminer les propriétés principales des composites de l'étude, des essais de traction monotone ont été réalisés. Dans un premier temps, des composites unidirectionnels non hybrides ont été testés pour diverses orientations de fibres afin de mesurer les propriétés élastiques et à la rupture. Ensuite, l'accent sera porté sur les composites hybrides avec des fibres orientés à 0°, avec différentes séquences d'empilement.

Des essais statiques en traction axiale ont été effectués sur des stratifiés non-hybrides et hybrides lin/carbone de six couches jusqu'à la rupture. Ils ont été réalisés sur une machine hydraulique INSTRON-8516 équipée d'un capteur de force 100 kN. La machine d'essai de traction a été interfacée avec un système d'acquisition pour la surveillance et l'acquisition de

données. Les échantillons ont été testés selon la norme standard ASTM D3039/D3039M. La déformation longitudinale a été mesurée avec un extensomètre axial de longueur initiale 50 mm. Trois à cinq échantillons ont été testés pour chaque configuration afin de vérifier la reproductibilité des résultats. Pour tous les essais de traction réalisés, la vitesse de déplacement utilisée est de 1 mm/min. Il est à noter que l'ensemble des essais ont été réalisés à température ambiante. Le dispositif de l'essai de traction est présenté sur la figure 3.1.

Les éprouvettes en matériaux composites non hybrides présentent une longueur de 200 mm, une largeur de 25 mm et une épaisseur de 3.1 mm pour les composites lin-époxyde $[L_3]_s$ et de 2.05 mm pour les composites carbone-époxyde $[C_3]_s$. Ils ont été testés pour différentes orientations de fibre 0°, 15°, 30°, 45°, 60°, 75° et 90° (Figure 2.7). Quant aux éprouvettes en composites hybrides, elles présentent une longueur de 200 mm, une largeur de 15 mm, alors que l'épaisseur dépend de la configuration correspondante (Tableau 2.4). La largeur de 15 mm des éprouvettes a été choisie afin de réaliser une comparaison des propriétés des composites non-hybrides et hybrides parce qu'avec une largeur de 25 mm les composites carbone-époxyde n'atteignent pas la rupture avec la machine disponible.



Figure 3.1 – Dispositif expérimental de l'essai de traction.

3.2.2 Essais de flexion

Les essais de flexion sont au cœur de cette étude. L'idée est de pouvoir déterminer le comportement mécanique en flexion des matériaux étudiés non-hybrides et hybrides pour démontrer leur aptitude à se positionner dans certaines applications. Les différents stratifiés étudiés dans cette partie sont composés de douze couches. L'essai de flexion trois-points consiste à appliquer une charge F à la poutre supportée par deux appuis éloignés d'une distance l. La charge est appliquée en un seul point (ou sur une seule ligne) au centre des deux appuis. Il en résulte un déplacement w. Les paramètres géométriques d'une éprouvette soumise en flexion sont présentés sur la figure 3.2.

Le choix de la distance entre appuis dépend des propriétés que l'on souhaite étudier. En effet, une configuration d'appuis écartés tel que l'élancement vérifie l'inéquation 3.7 permettant de privilégier la flexion de la poutre (ASTM D790).

$$\frac{l}{h} > 16 \tag{3.1}$$

En outre, les distances entre appuis (l) ont été choisies de manière à conserver le même élancement (l/h) pour les différentes stratifiés étudiés. Les dimensions utilisées pour ces éprouvettes sont alors présentées dans le tableau 3.1.



Figure 3.2 – Paramètres géométriques d'une éprouvette soumise en flexion.

Les essais de flexion ont été réalisés au LAUM, sur une machine hydraulique de type INSTRON modèle 8801, munie d'un capteur de charge de 10 kN présenté sur la figure 3.3. Le contrôle et l'acquisition des données sont traités à l'aide d'un ordinateur connecté à la machine. Cinq échantillons ont été testés pour chaque matériau composite pour vérifier la reproductibilité des essais. Les tests ont été effectués à température ambiante selon la norme ASTM D790 avec une vitesse de déplacement constante de 2 mm/min. La flèche de l'éprouvette a été mesurée à l'aide d'un capteur de déplacement. D'autre part, la machine utilisée a été équipée d'un
dispositif permettant d'éviter la rotation du support des appuis inférieurs autour de l'axe du vérin hydraulique.

Matériaux	Longueur L	Largeur b	Epaisseur h	Distance entre appuis <i>l</i>
composites	(mm)	(mm)	(mm)	(mm)
$[L_6]_s$			6	100
$[L_4/C_2]_s$	120	15	4,9	82
$[L_2/C_4]_s$			4,2	70
$[C_2/L_4]_s$			4,9	82
$[C_4/L_2]_s$			4,2	70
[C ₆] _s			3,3	55

Tableau 3.1	– Dimensions	nominales	des éprouve	ttes de flexion.
-------------	--------------	-----------	-------------	------------------



Figure 3.3 – Dispositif expérimental de flexion 3-points.

3.2.3 Emission acoustique

Au cours des essais réalisés en traction statique, l'endommagement et la propagation jusqu'à la rupture des éprouvettes testées ont été suivies par la technique d'émission acoustique (EA). Le dispositif expérimental utilisé est présenté sur la figure 3.4. L'acquisition des signaux d'émission acoustique a été réalisée à l'aide du logiciel AEwin, fourni par la société Euro Physical Acoustics (EPA). La carte d'acquisition comprenant 2 voies avec une fréquence d'acquisition de 5 MHz. Ce système est équipé d'une carte d'acquisition PCI connectée à un

micro-ordinateur. Deux capteurs piézoélectriques résonants (PCA MICRO-80) avec une bande passante de fréquence 100 kHz-1 MHz et d'un pic de résonance de 300 kHz ont été utilisés pour enregistrer les signaux d'EA, fournis par la société EPA. Ces deux capteurs ont été fixés sur les éprouvettes au moyen de pinces de maintien du même côté en utilisant un gel de couplage (graisse au silicone) entre l'échantillon et les capteurs. Par conséquent, une fine couche de graisse a été utilisée sur le capteur contre la surface de l'échantillon pour permettre la propagation des signaux acoustiques. La distance entre les deux capteurs d'EA a été réglée à 50 mm afin de réduire l'atténuation des ondes provenant de la source. Par la suite, les signaux d'EA ont été amplifiés à l'aide de deux préamplificateurs avec un gain de 40 dB, fournis par Mistras Group Company. L'amplitude du seuil d'acquisition a été déterminée à l'aide de la procédure Pencil Lead Breaking (PLB) (Masmoudi *et al.*, 2016; Nielsen, 1980). Elle est égale à 40 dB afin de filtrer les signaux d'EA provenant des sources externes (bruits parasites).



Figure 3.4 – Dispositif expérimentale de la technique d'émission acoustique.

Les données d'EA sont définies selon les paramètres d'acquisition temporels, à savoir : PDT (Peak Definition Time), HDT (Hit Définition Time) et HLT (Hit Lockout Time) présentés sur la figure 3.5. Le PDT permet la détermination du pic d'amplitude et du temps de montée de la salve d'EA qui débute après le premier dépassement de seuil du signal. Le principal rôle de ce paramètre consiste à éviter les fausses mesures faites sur les propagations rapides, de faible temps de montée et de faibles amplitudes, qui ne sont pas représentatives de l'événement. Ensuite, le HDT permet la détermination de la fin d'une salve et par la suite la durée de la salve. Il est déclenché par tout dépassement de seuil du signal et re-déclenchable par tout autre dépassement survenant avant son terme. Le paramètre HDT doit être aussi court que possible pour éviter d'envelopper deux salves rapprochées. Enfin, le HLT est déclenché à la fin du HDT.

Il permet d'exclure les éventuelles réflexions tardives dans les salves d'EA. Les valeurs de ces paramètres temporels ont été définies comme suit : $PDT = 50 \ \mu s$, $HDT = 100 \ \mu s$ et $HLT = 200 \ \mu s$.



Figure 3.5 – Paramètres d'acquisition des salves acoustiques.

3.3 Comportement mécanique en statique des composites non-hybrides et hybrides en traction

Cette partie présente les différents résultats expérimentaux obtenus lors des essais de traction effectués sur les différents types d'éprouvettes.

3.3.1 Comportement mécanique des composites non-hybrides

La figure 3.6 illustre les courbes contrainte-déformation des essais de traction statiques monotones des matériaux composites en fibres de lin ou en carbone orientées à 0°, 45° et 90°. L'analyse des courbes de contrainte/déformation des composites orientées à 0° sont présentées en figure 3.6.a. Cette figure met en évidence un comportement de deux zones pour le composite en fibres de lin et un comportement d'une zone pour le composite en fibre de carbone. Pour le composite lin-époxyde, le premier domaine correspond à une zone élastique linéaire jusqu'à un fléchissement où la valeur de déformation est inférieure à 0.2%. Au-delà de cette incurvation, une perte importante de rigidité est constatée d'après la tangente tracée sur la figure. Ce type de comportement est observé pour la majorité des composites à matrice polymère et en fibres naturelles. Poîlane *et al.* (2014) et Monti (2016) ont confirmé que la première zone correspond au domaine élastique du matériau. Le même comportement a été observé dans plusieurs travaux de recherche analysant le comportement mécanique des fibres unitaires de lin (Baley *et al.*, 2014). Ceci peut être attribué au comportement intrinsèque des fibres de lin et plus précisément aux comportements de la cellulose amorphe et de la lignine de la fibre à cause des contraintes

de cisaillement dans les parois cellulaires (Placet *et al.*, 2014). Au-delà d'une certaine contrainte seuil, les composites en fibres naturelles montrent un comportement quasi linéaire jusqu'à la rupture. Par contre, le composite en fibre de carbone présente un comportement linéaire jusqu'à s'approcher de la rupture de l'éprouvette.

Par la suite, des essais sont effectués sur des éprouvettes UD dont les fibres sont orientées à 90° et 45° par rapport à la direction du chargement en traction. La détermination des constantes de l'ingénieur des composites stratifiés lin-époxyde [L₃]_s et carbone-époxyde [C₃]_s, ainsi les caractéristiques d'une couche unidirectionnelle en contraintes planes a été effectuée. Les figure 3.6.b et figure 3.6.c présentent les courbes contraintes/déformations obtenues pour ces deux séries d'essais.



Figure 3.6 – Courbes Représentatives des essais de traction statiques monotones des matériaux composites non hybrides. a) Eprouvettes UD-0, b) éprouvettes UD-45 et c) éprouvettes UD-90.

Les courbes contrainte/déformation des éprouvettes en fibre de lin orientées à 45° et 90° présentent un comportement non linéaire dans une seule phase jusqu'à la rupture totale des éprouvettes. Ce comportement, qui est de type ductile, est induit par le comportement

viscoélastique de la résine. En effet, la matrice est principalement sollicitée pour les éprouvettes orientées à 90° du fait de l'orientation des fibres perpendiculairement à l'axe de traction et aussi pour les autres éprouvettes orientés à 45° par rapport à l'axe de traction.

Le comportement des éprouvettes en fibres de carbone orientées à 45° et 90° apparaît avec une partie élastique linéaire qui est un peu plus prononcée et la rupture est de type fragile.

Le module de cisaillement G_{12} est déduit en fonction des modules de traction : le module longitudinal : E_1 , le module transversal : E_2 et le coefficient de poisson : v_{12} par la théorie des stratifiés (Berthelot, 2005) grâce à l'essai à 45°, selon la formule donnée ci-dessous.

$$\frac{1}{G_{12}} = \frac{4}{E_{45}} - \frac{1}{E_1} - \frac{1}{E_2} + 2\frac{V_{12}}{E_1}$$
(3.2)

Les propriétés principales d'une couche unidirectionnelle en fibre de lin et de carbone sont données dans le tableau 3.2.

Tableau 3.2 – Propriétés principales des composites UD en fibre de lin et de carbone.

Matériaux composites	E_1 (GPa)	E_2 (GPa)	v_{12}	E_{45} (GPa)	<i>G</i> ₁₂ (GPa)
$[L_3]_s$	17,4	3,6	0,31	4,4	1,64
[C ₃] _s	85	5,6	0,33	10,6	5,13

Des essais complémentaires de traction axiale sont réalisés sur des éprouvettes dans des orientations hors axes, avec des fibres orientées à 15° , 30° , 60° et 75° par rapport à la direction de traction. Les figure 3.7 et figure 3.8 présente les courbes contrainte/déformation pour les différentes orientations de fibres des stratifiés lin-époxyde $[L_3]_s$ et carbone-époxyde $[C_3]_s$, respectivement.



Figure 3.7 – Courbe contrainte/déformation des composites stratifiés en fibres de lin $[L_3]_s$.



Figure 3.8 – Courbe contrainte/déformation des composites stratifiés en fibres de carbone $[C_3]_{s.}$

Les rigidités expérimentales de ces éprouvettes sont comparées à celles prédites par la théorie des stratifiés (Figure 3.9) et elles sont calculées à partir des modules déterminés précédemment en appliquant l'équation suivante (Berthelot, 2005) :

$$\frac{1}{E_{\theta}} = \frac{\cos(\theta)^4}{E_1} + \frac{\sin(\theta)^4}{E_2} + \left(\frac{1}{G_{12}} - \frac{2\nu_{12}}{E_1}\right) + \sin(\theta)^2 \cos(\theta)^2$$
(3.3)

On constate une bonne correspondance des valeurs des modules de traction mesurés et celles obtenues analytiquement. Les modules d'Young présentent un peu plus de différences du fait d'un manque d'essais nécessaires à la prise en compte de la dispersion des propriétés ultimes.



Figure 3.9 – *Rigidité en traction en fonction de l'orientation des fibres des composites : a) lin-époxyde [L₃]_s et b) carbone-époxyde [C₃]_s.*

3.3.2 Comportement mécanique des matériaux composites hybrides lin/carbone

Dans cette partie, des essais quasi-statiques ont été réalisés sur des éprouvettes lin-époxyde, carbone-époxyde et hybrides lin/carbone afin d'évaluer les performances de l'hybridation. Les essais ont été effectués sur des éprouvettes unidirectionnelles constituées de 6 plis sollicitées dans le sens des fibres (UD-0). Les éprouvettes sont de longueur 200 mm, de largeur 15 mm et d'épaisseur présentée dans le tableau 2.4. La figure 3.10 présente les courbes contrainte-déformation des matériaux composites étudiés. Toutes les courbes obtenues pour les matériaux non hybrides présentent un comportement similaire que celui décrit dans le paragraphe 3.3.1, avec deux zones différentes dans le cas des composites lin-époxyde et une zone dans le cas des composites carbone-époxyde. Le comportement des matériaux composites hybrides (Figure 3.10 (b), (c), (d) et (e)) est en général linéaire jusqu'à la rupture. On remarque aussi que la pente, traduit par la rigidité, augmente avec le taux de fibres de carbone. Ce comportement est expliqué par l'hybridation des matériaux avec des fibres de carbone qui présentent une rigidité importante.



Figure 3.10 – Courbes contrainte/déformation des différents composites : a) [L₃]_s, b) [L₂/C]_s, c) [L/C₂]_s, d) [C/L₂]_s, e) [C₂/L]_s et f) [C₃]_s.

Les figure 3.11 et figure 3.12 présentent le module d'élasticité et la contrainte maximale des composites de l'étude. Ces figures montrent que le module d'élasticité et la contrainte maximale les plus faibles sont associés au matériau composite en fibres de lin. D'autre part, le composite en fibres de carbone présente des valeurs du module d'élasticité et de la contrainte maximale les plus élevées, c'est-à-dire, la rigidité la plus élevée par rapport aux autres matériaux composites. Ces résultats sont étudiés afin d'évaluer l'effet de l'hybridation sur les propriétés mécaniques des matériaux composites en fibres de lin et de carbone. Les résultats montrent que l'augmentation de la fraction volumique en fibres de carbone améliore les propriétés mécaniques des composites hybrides. A titre d'exemple, l'addition de 19% de fibres de carbone à la structure entraîne une augmentation d'environ 22% du module d'élasticité et environ 18% de la contrainte maximale pour les composites hybrides [L₂/C]_s et [C/L₂]_s. Cette augmentation est attribuée essentiellement aux caractéristiques des fibres de carbone qui sont plus élevées que celles du lin. En effet, dans le cas des composites à renforts hybrides, les propriétés dépendent des caractéristiques mécaniques de chaque renfort utilisé.



Figure 3.11 – Evolution du module d'élasticité des composites hybrides lin/carbone.



Figure 3.12 – Evolution de la contrainte maximale des composites hybrides lin/carbone.

Dans cette partie, on vise à évaluer l'effet de l'hybridation sur les propriétés spécifiques définies par le rapport entre les propriétés mesurées et la densité du composite hybride. Afin d'étudier les propriétés spécifiques en traction, la densité des composites à renfort non hybrides et hybrides carbone/lin a été prise en compte. On peut noter que les composites en fibres de lin, ont une masse volumique (1140 kg/m³) et nettement inférieure à celle des composites en fibres de carbone (1340 kg/m³). Afin d'évaluer un effet positif ou négatif de l'hybridation, les propriétés d'un composite hybride composé de deux composants 1 et 2 peuvent être comparées à celles prédites par la loi de mélange des hybrides (Saidane et al., 2016 ; Flynn et al., 2016) :

$$P_{Hybride} = P_1 \varphi_{\nu_1} + P_2 \varphi_{\nu_2} \tag{3.4}$$

Où $P_{Hybride}$ est la propriété à étudier du composite hybride, P_1 et P_2 sont les propriétés correspondantes des composites non hybrides 1 et 2, φ_{v_1} et φ_{v_2} sont les fractions volumiques des renforts des composites hybrides, tout en respectant la relation $\varphi_{v_1} + \varphi_{v_2} = 1$.

Les figures figure 3.13 et figure 3.14 illustrent l'évolution du module d'élasticité et la contrainte maximale spécifiques des composites étudiés, obtenus à partir des résultats expérimentaux et ceux déduits de la relation (3.3). La figure 3.13 révèle que les modules d'élasticité spécifiques obtenus expérimentalement sont proches de ceux prédits par la loi des mélanges, avec des variations inférieures à 10%, pour tous les composites hybrides. Cependant, ceci n'est pas disponible pour l'évolution de la contrainte maximale car un effet d'hybridation un peu négatif a été obtenu. En effet, un écart négatif a été observé pour la contrainte maximale par rapport à la droite de régression linéaire (Figure 3.14).



Figure 3.13 – L'effet de l'hybridation sur le module d'Young spécifique en fonction du teneur en carbone normalisé : (a) composites avec des couches extérieures de lin, b) composites avec des couches extérieures de carbone.



Figure 3.14 – L'effet de l'hybridation sur la résistance à la traction spécifique en fonction du teneur en carbone normalisé : (a) composites avec des couches extérieures de lin, b) composites avec des couches extérieures de carbone.

3.4 Comportement mécanique en statique des composites non hybrides et hybrides sollicités en flexion trois-points

Des essais de flexion trois-points en statiques ont été réalisés sur différents matériaux composites unidirectionnels en fibres de lin, carbone et hybrides lin/carbone. L'influence de la séquence d'empilement a été étudiée afin de caractériser le comportement mécanique tel que : la rigidité, le module de flexion, la contrainte ultime et le déplacement à la rupture.

Pour s'affranchir des dispersions engendrées par la variabilité des dimensions des éprouvettes, nous avons transformé les courbes charge-déplacement en contrainte-déformation où la contrainte est déterminée par l'équation (3.8) (Bezazi *et al.*, 2001)

$$\sigma = \frac{3}{2} \frac{Fl}{bh^2} \tag{3.5}$$

La valeur de la déformée (la flèche) *w* est donnée par la théorie des poutres (Timoshenko, 1947):

$$w = \frac{Fl^3}{4Ebh^3} = \frac{Fl^3}{48EI}$$
(3.6)

où *I* est le moment quadratique suivant z de l'éprouvette rectangulaire. Le module de l'éprouvette est ensuite obtenu en appliquant la formule suivante :

$$E = \frac{dF}{dw} \frac{l^3}{48I} \tag{3.7}$$

Avec dF/dw est la rigidité qui est présentée par la pente dans la zone linéaire de la courbe charge-déplacement.

Les courbes de contrainte-déformation pour les différents composites non-hybrides ($[L_6]_s$ et $[C_6]_s$) et les composites hybrides ($[L_4/C_2]_s$, $[L_2/C_4]_s$, $[C_2/L_4]_s$ et $[C_4/L_2]_s$) sont présentées sur la figure 3.15. Ces courbes nous permettent de distinguer différents comportements correspondant aux éprouvettes testées.

Tout d'abord, une première remarque peut être déduite de ces résultats sur la faible dispersion, ce qui prouve que les essais ont été effectués en un état proche de la flexion pur (Monti, 2016). Pour les éprouvettes en fibres de lin $[L_6]_s$, la courbe présente une partie linéaire suivie d'une partie non linéaire jusqu'à la contrainte maximale. Cependant, pour les éprouvettes en fibres de carbone $[C_6]_s$, la courbe montre un comportement linéaire de type fragile jusqu'à la rupture finale des échantillons. Par la suite, pour les éprouvettes hybrides où les couches de lin sont placées de part et d'autres de la structure avec une teneur importante en fibre de lin $[L_4/C_2]_s$, on remarque un comportement linéaire au début et puis il devient non linéaire jusqu'à la rupture. Ce comportement est semblable à celui des composites lin/époxyde, ceci est dû à la contribution importante des fibres de lin. Pour les autres éprouvettes hybrides où les couches de carbone sont placés de part et d'autres de la structure ($[C_2/L_4]_s$ et $[C_4/L_2]_s$) ou avec une teneur faible en fibre de lin $[L_2/C_4]_s$, le comportement est linéaire jusqu'à la rupture et semblable à celui des composites en fibre de lin $[L_2/C_4]_s$, le comportement est linéaire jusqu'à la rupture et semblable à celui des composites en fibre de lin $[L_2/C_4]_s$, le comportement est linéaire jusqu'à la rupture et semblable à celui des composites en fibre de lin $[L_2/C_4]_s$, le comportement est linéaire jusqu'à la rupture et semblable à celui des composites en fibre de carbone.



Figure 3.15 – Courbes contrainte-déformation des essais de flexion 3-points réalisés sur des éprouvettes avec les différentes séquences d'empilement : a) [L₆]_s, b) [L₄/C₂]_s, c) [L₂/C₄]_s, d) [C₂/L₄]_s, e) [C₄/L₂]_s et f) [C₆]_s.

Les propriétés élastiques en flexion des composites étudiés sont rapportées dans le tableau 3.3. La figure 3.16 montre une comparaison des résultats représentatifs des courbes contraintedéformation des essais de flexion 3-points des différents stratifiés. Ces résultats avec celle obtenus dans les figures (figure 3.17 et figure 3.18) montrent que le module de flexion et la contrainte maximale augmentent avec l'augmentation du teneur en fibre de carbone.



Figure 3.16 – Courbes contrainte-déformation obtenues à partir des essais de flexion 3points : comparaison entre les stratifies non-hybrides et hybrides lin-carbone.

Matériaux composites	Rigidité (N mm ⁻¹)	Module de flexion (GPa)	Contrainte à la rupture (MPa)	Déplacement à la rupture (mm)
[L ₆] _s	171 (7.4)	13.2 (0.57)	174 (6.3)	7.57 (0.30)
[L ₄ /C ₂] _s	176.5 (3.1)	14.3 (0.25)	213 (6.7)	5.77 (0.30)
$[L_2/C_4]_s$	289 (24)	22.3 (1.9)	415 (47)	4.76 (0.50)
$[C_2/L_4]_s$	632 (23)	49.4 (1.8)	458 (13)	2.16 (0.30)
$[C_4/L_2]_s$	934 (13)	72 (1)	569 (16)	1.92 (0.23)
[C ₆] _s	1060 (42)	81 (3.3)	800 (55)	1.75 (0.10)

 Tableau 3.3 – Les caractéristiques des différents matériaux (écart type entre parenthèse).

D'après ces résultats, on peut constater que le matériau carbone/époxyde possède une rigidité et une contrainte à la rupture les plus importantes. De plus, l'emplacement des couches de carbone à l'extérieur offre aux stratifiés une rigidité et une contrainte à la rupture élevées comparée aux stratifiés possédant des couches de lin à l'extérieur. Alors que du point de vue déplacement à la rupture, les stratifiés possédant des couches de lin à l'extérieur présentent des déplacements à la rupture plus importants par rapport aux autres stratifiés sous ce type de sollicitation en flexion trois-points.



Figure 3.17 – Evolution du module de flexion des composites hybrides lin/carbone.



Figure 3.18 – Evolution de la contrainte maximale des composites hybrides lin/carbone.

3.5 Identification et suivie de l'endommagement des matériaux composites non hybrides et hybrides par émission acoustique (EA)

Plusieurs travaux (Dahmene *et al.* 2015) ont montré que l'analyse de signal d'EA monoparamétrique conventionnelle pouvait être insuffisante et limitée en termes d'identification des endommagements. C'est la raison pour laquelle des analyses statistiques multiparamétriques ont déjà été utilisées afin de mieux distinguer et identifier les modes d'endommagement. L'objectif principal de cette partie est d'identifier les mécanismes d'endommagement produits en service pour les stratifiés composites en fibres de lin ou en fibres de carbone et les stratifiés hybrides lin/carbone.

3.5.1 Méthode de classification et d'analyse des signaux d'EA

Les signaux d'émission acoustiques (EA) détectés ont été classifiés par une méthode d'analyse multivariable pour identifier les mécanismes d'endommagement et suivre leur évolution en temps réel. En effet, dans le cas des matériaux composites à un pouvoir d'amortissement important, la classification basée uniquement sur un seul paramètre présente plusieurs chevauchements entre les mécanismes d'endommagement (Saidane, 2015). Ainsi, il est important d'exploité le maximum de paramètres des signaux d'EA pour identifier les différents mécanismes d'endommagement. L'ensemble des données d'émission acoustiques ont été traitées au moyen du logiciel NOESIS (Kattis). Suite à des essais préliminaires réalisés au sein du laboratoire (Ben Ammar, 2014 ; Monti, 2016) et afin d'obtenir une bonne répétabilité de la classification des données, cinq paramètres temporels ont été sélectionnés pour la classification des signaux d'EA : l'amplitude, le temps de montée, la durée, le nombre de coups au pic et l'énergie du signal. Ils sont illustrés sur la figure 3.19. Ces descripteurs sont expliqués dans la suite en tenant compte que le seuil (exprimée en dB) est un niveau prédéfini pour distinguer le signal du bruit.

1- L'amplitude (exprimée en dB) : valeur de pic atteinte par le signal dans un événement d'EA couvrant la plage de 40 dB à 100 dB.

2- Le temps de montée (exprimée en ms) : temps nécessaire au signal pour atteindre l'amplitude après le franchissement du seuil.

3- La durée (exprimée en ms) : est la différence de temps entre le premier et le dernier seuil franchi avec le signal d'événement.

4- Le nombre de coups au pic : correspondant au nombre de fois que le signal a franchi le seuil (dépassement de seuil) depuis le début de la salve jusqu'au pic maximal.

5- L'énergie (exprimée en atto-joules=10⁻¹⁸J) : est définie comme l'aire sous la courbe de l'amplitude en fonction du temps pour un événement.



Figure 3.19 – Définition des paramètres temporels mesurés sur un signal d'émission acoustique.

L'amplitude du signal a été mesurée par le système d'acquisition des données en temps réel. Les autres paramètres ont été calculés par le système d'acquisition à partir des formes d'onde enregistrées.

Les signaux d'émission acoustiques ont été classés par l'algorithme des K-moyennes (Likas *et al.*, 2003). Cet algorithme est une analyse de reconnaissance de modèle non supervisée. Son objectif est de séparer un ensemble de n événements en un nombre optimal de k classes dans lesquelles la somme des carrées des distances entre tous les vecteurs d'une classe et son centre est minimisée. Une classe est un groupe de signaux qui correspond à un même phénomène physique. La normalisation des descripteurs du vecteur représentatif du signal d'émission acoustique est indispensable car la différence d'échelle entre les différents paramètres peut conduire qu'un paramètre peut masquer les autres en raison de ses valeurs importantes. Les données ont été normalisées par la transformation suivante :

$$\forall i \in \Omega_p, p \in F : z_i = \frac{x_i - m_{x_p}}{\sigma_{x_p}}.$$
(3.8)

Où x_i correspond à l'événement *i* de l'ensemble de données Ω_p , relatif au descripteur *p*, *F* est l'ensemble des descripteurs choisis pour la classification, m_{x_p} et σ_{x_p} sont respectivement la valeur moyenne et l'écart type de Ω_p . Après la normalisation des données, l'algorithme des k-moyennes a été utilisé avec une norme euclidienne et un partitionnement initial aléatoire. Ensuite, l'algorithme a été appliqué plusieurs fois avec séquences de 1000 itérations et en faisant varier le nombre de classe (2 à 5). Après chaque application de l'algorithme, une valeur moyenne du critère de Davies et Bouldin $R_{ii}(D\&B)$ a été calculée (Davies et al., 1979; Milligan et al., 1985). Ce critère est donné par :

$$R_{ij}(D\&B) = \frac{1}{k} \sum_{i=1}^{n} \max_{i}(\frac{d_i + d_j}{d_{ij}})$$
(3.9)

Avec k est le nombre de classes sélectionnées, d_i est la distance moyenne dans la classe i, d_j est la distance moyenne dans la classe j et d_{ij} est la distance moyenne entre les classes i et j. Par la suite, le nombre de classes optimal correspond à la valeur minimale du critère $R_{ij}(D \& B)$. Après l'application du critère de Davies et Bouldin, le partionnement des classes est regroupé principalement en quatre classes.

3.5.2 Résultats de la classification

3.5.2.1 Étude de l'évolution de l'endommagement en surveillant l'activité acoustique

L'activité acoustique est présentée par l'évolution du nombre de coups cumulé. La figure 3.20 présente la corrélation entre l'évolution de l'activité acoustique et la loi de comportement de chaque éprouvette des différents matériaux étudiées. La réponse d'EA est obtenue sous forme d'une courbe de type exponentiel. La figure 3.20 montre que l'activité acoustique et l'évolution de la contrainte se déroulent en trois phases :

-Phase I: Première phase linéaire et élastique caractérisée par une détection de très faible activité acoustique. Dans cette phase, aucun endommagement n'est initié. En fait, ce chargement ne présente pas d'effet important sur l'intégrité de l'éprouvette.

-Phase II: Dans cette phase, la courbe de contrainte commence à perdre légèrement sa linéarité. Sa pente diminue, traduisant l'apparition d'un comportement viscoélastique. Cette phase est caractérisée par une augmentation constante de l'activité acoustique. Au début, certains événements sont détectés. Ces événements reflètent le début des microfissures dans la résine. Ensuite, cette évolution peut être liée à l'apparition du mécanisme de décohésion entre la matrice et les fibres et les microfissures de la matrice qui évoluent et se rejoignent pour former le délaminage.



Figure 3.20 – *Corrélation entre l'évolution de la contrainte et l'activité acoustique des composites : a)* $[L_3]_s$, *b)* $[L_2/C]_s$, *c)* $[C/L_2]_s$, *d)* $[L/C_2]_s$, *e)* $[C_2/L]_s$ *et f)* $[C_3]_s$.

-Phase III: Cette phase qui est juste avant la rupture finale de l'éprouvette. La courbe de contrainte est non linéaire, traduisant un comportement non-élastique. L'activité acoustique devient très importante, l'évolution de sa courbe change et présente une forme linéaire jusqu'à

la rupture finale de l'éprouvette. On peut affirmer qu'un nouveau mécanisme d'endommagement est apparu, à savoir la rupture des fibres.

De plus, on peut noter, par comparaison entre tous ces éprouvettes non hybrides et hybrides, que lorsque la fraction volumique de fibres de carbone augmente, le nombre de coups cumulés augmente. Par exemple, l'activité acoustique atteint une valeur maximale de 80000 coups pour un échantillon $[C_3]_s$, suivie de 34 000 et 30 000 coups ($[C_2/L]_s$ et $[L/C_2]_s$, respectivement) et de 12 000 et 21 000 coups ($[C/L_2]_s$ et $[L_2/C]_s$, respectivement). L'activité acoustique minimale est observée près de 2 500 coups dans le stratifié $[L_3]_s$.

3.5.2.2 Distribution d'amplitude en fonction du temps

L'objectif de cette partie est d'identifier les différents mécanismes d'endommagement se produisant dans les différents matériaux composites non hybrides ($[L_3]_s$ et $[C_3]_s$) et les composites hybrides ($[L_2/C]_s$, $[L/C_2]_s$, $[C/L_2]_s$ et $[C_2/L]_s$) et de suivre leurs évolutions temporelles jusqu'à la rupture. La méthodologie de l'algorithme de reconnaissance basée sur les cinq descripteurs temporels a été appliquée. Quatre classes ont été retenues pour les différents matériaux composites non hybrides et hybrides. Il est à noter que l'attribution de chaque mécanisme d'endommagement à une classe d'événement s'est effectuée en utilisant les formes d'onde des signaux d'EA (Tableau 3.4). En effet, chaque classe correspond à un mécanisme d'endommagement :

La fissuration de la matrice (classe A), la décohésion interfaciale fibres-matrice (classe B), le délaminage (classe C) et le déchaussement ainsi que la rupture des fibres (classe D).

Les signaux d'EA induits par la fissuration de la matrice (classe A) sont caractérisés par une forme d'onde de faible amplitude, un temps de montée lent, une durée relativement longue et une énergie faible. La deuxième classe de signaux générées par la décohésion fibres-matrice (classe B) est caractérisée par une faible amplitude, un temps de montée court, une durée courte et une énergie faible. La forme d'onde du mécanisme de délaminage (classe C) se caractérise par une amplitude élevée, un temps de montée lente, une durée relativement longue et une énergie faible. Et enfin, le déchaussement ainsi que la rupture de fibres (classe D) ont une plage d'amplitude élevée, un temps de montée court, une durée de vie très courte et une énergie très importante.

Cette section décrit les résultats obtenus en analysant les classes dans le plan amplitude/temps. Dans un premier temps, l'analyse a été effectuée sur des éprouvettes non hybride de lin et de carbone. La figure 3.21 présente la classification de l'amplitude des signaux d'EA en fonction du temps pour les deux composites $[L_3]_s$ et $[C_3]_s$. L'évolution de la charge appliquée est superposée sur la même figure avec l'amplitude. Quatre classes (A, B, C et D) ont été obtenues. La distribution en amplitude montre des petites zones de chevauchement entre les classes obtenues pour les deux éprouvettes, ce qui confirme l'application d'une approche multiparamétrique.



Tableau 3.4 – Formes typiques des signaux d'EA obtenues pour chaque mécanismed'endommagement

Figure 3.21 – Distribution de l'amplitude en fonction du temps des signaux d'EA durant les essais de traction statiques des composites stratifiés : a) lin $[L_3]_s$ et b) carbone $[C_3]_{s}$.

La distribution en amplitude de la classe A apparait plus tôt au cours de l'essai et elle est comprise entre 40 et 48 dB (Figure 3.21). Quelques signaux de cette classe ont été détectés dès le début de l'essai dans la première zone élastique de la courbe charge/temps. Ces évènements débutent clairement au niveau du "coude" marquant la fin du domaine linéaire. Cette classe correspond à la fissuration matricielle. Ensuite, les évènements de la classe B ont été détectés avec des valeurs d'amplitudes plus élevées comprise entre 44 et 57 dB. L'apparition de cette classe coïncide avec la deuxième phase (quasi-élastique) de la courbe de charge/temps pour l'éprouvette en fibre de lin de la figure 3.21. Elle pourrait correspondre à la décohésion interfaciale fibre-matrice. Par la suite, on retrouve une troisième classe notée C apparaissant presque à la moitié de l'essai. Les amplitudes de la classe C varient entre 48 et 65 dB. Cette classe correspond au délaminage. La quatrième classe D apparait à la fin de l'essai avec des amplitudes qui sont comprises entre 55 et 100 dB et plus élevées que les trois autres classes. Ces événements surviennent très peu de temps avant la rupture finale de l'éprouvette surtout pour celles en fibres de lin avec une distribution faible par rapport aux éprouvettes en fibres de carbone. Ainsi, la classe D pourrait être attribuée soit au déchaussement des fibres soit à la rupture des fibres. Les éprouvettes étudiées sont constituées de fibres unidirectionnelles orientées à 0° qui favorisent les mécanismes d'endommagements liés à la rupture des fibres ce qui confirme l'existence de la quatrième classe D.

Ensuite les différents matériaux composites hybrides $([L_2/C]_s, [L/C_2]_s, [C/L_2]_s \text{ et } [C_2/L]_s)$ ont été analysés. La figure 3.22 présente la distribution de l'amplitude en fonction du temps des signaux d'EA pour les matériaux composites hybrides. L'analyse des k-moyennes appliquée aux signaux d'EA obtenus à partir les quatre éprouvettes hybrides a permis d'identifier également quatre types d'endommagement identiques à ceux identifiés précédemment.

3.5.2.3 Chronologie d'apparition des différents mécanismes d'endommagement identifiés

La chronologie d'apparition et l'évolution des différentes classes sont étudiées au moyen du suivi du nombre de coups cumulés en fonction du temps. Les résultats de l'évolution du nombre d'événements en fonction de la durée de l'essai sont donnés sur la figure 3.23 pour les composites non-hybrides (lin-époxyde et carbone-époxyde) et sur la figure 3.24 pour les matériaux hybrides. Pour l'ensemble des matériaux étudiés, l'analyse du nombre de coups cumulés de chaque classe au cours du temps présente une évolution régulière. Par la suite, une augmentation de manière significative des classes A, B et C juste avant la rupture de l'éprouvette est observée pour les différents matériaux.



Figure 3.22 – Distribution de l'amplitude en fonction du temps des signaux d'EA durant les essais de traction statiques des composites stratifiés hybrides : a) $[L_2/C]_s$, b) $[L/C_2]_s$, c) $[C/L_2]_s$ et d) $[C_2/L]_s$.



Figure 3.23 – Chronologie d'apparition et évolution des classes des composites stratifiés : a) lin $[L_3]_s$ et b) carbone $[C_3]_s$.



Figure 3.24 – Chronologie d'apparition et évolution des classes des composites stratifiés hybrides : a) [L₂/C]_s, b) [L/C₂]_s, c) [C/L₂]_s et d) [C₂/L]_s.

La fissuration matricielle (classe A) est le premier mécanisme d'endommagement qui apparait dans la chronologie et se propage jusqu'à la rupture finale de l'éprouvette. Ce résultat obtenu est en adéquation avec les données de la littérature (Roundi *et al*, 2018). De plus, d'après la figure 3.25 qui présente les pourcentages des classes obtenues pour chaque matériau, le mécanisme de cette classe A est le plus dominant et représente plus de 40% des endommagements cumulés à la rupture. Ce mécanisme est le plus important pour les composites à fibres de lin par rapport aux autres stratifiés. Ce résultat peut être expliqué par la faible fraction volumique des fibres de lin dans la structure composite (32%). Ensuite, la décohésion fibrematrice (classe B) apparaît en deuxième après la fissuration de la matrice. Quant aux mécanismes de délaminage (classe C) et de déchaussement ainsi que la rupture des fibres (classe D), ils se produisent après environ 40% de la charge à la rupture. La figure 3.25 montre également que le pourcentage de rupture des fibres, de délaminage et de décohésion fibre-

matrice pour les composites à fibres de carbone et hybrides est supérieur à celui des composites à fibres de lin. Cela est dû principalement à la différence entre la fraction volumique de fibres dans les stratifiés de carbone et de lin (0,55 pour les stratifiés à fibres de carbone et 0,32 pour les stratifiés à fibres de lin). D'autre part, cela peut être expliqué par la nature de l'adhérence entre une résine époxyde et les fibres de carbone par rapport à l'adhérence avec les fibres de lin.



Figure 3.25 – Pourcentages d'évènements des différents matériaux.

Le diagramme radar de la figure 3.26 présente pour chaque classe, une comparaison des vecteurs globaux du nombre de coups normalisés des différentes stratifiés étudiés. On voit clairement que, lorsque la fraction volumique de fibres de carbone augmente, le nombre de coups croît pour toutes les classes d'EA. Ce phénomène peut être expliqué par l'augmentation de la rigidité avec les fibres de carbone. De plus, la différence entre la dimension des fibres de carbone et des fibres de lin peut également contribuer à ces augmentations ([5-7 μ m] pour les fibres de carbone (Ben Ammar, 2014) par rapport à [15-30 μ m] pour les fibres de lin (Monti, 2016)). En plus, ces résultats peuvent être liés à la différence de porosité entre les composites à fibres de lin et de carbone.



Figure 3.26 – Comparaison des vecteurs globaux du nombre de coups normalisés des différentes stratifiés étudiés pour chaque classe.

3.5.2.4 Analyse de la contribution de chaque mécanisme d'endommagement en étudiant l'énergie d'EA

La contribution de chaque mécanisme d'endommagement par rapport à la rupture finale a été évaluée pour les différentes séquences d'empilement. Pour chaque mécanisme d'endommagement, la contribution de l'endommagement (D_i) est obtenue par le rapport de l'énergie acoustique cumulée du mécanisme donné (E_i) par l'énergie acoustique cumulée globale à la rupture (E_T) (Bravo et al., 2015; Saidane et al., 2016):

$$D_{i} = \frac{E_{i}}{E_{T}} = \frac{E_{i}}{\sum_{j=1}^{n} E_{j}}$$
(3.10)

Où n est le nombre total des mécanismes d'endommagement.

La figure 3.27 présente la contribution relative D_i en termes d'énergie pour chaque mécanisme d'endommagement par rapport à la rupture finale des composites étudiés. Une similarité est observée dans la distribution de D_i pour tous les stratifiés. Il est évident que le mécanisme le plus énergétique et le plus important est celui qui représente le déchaussement et la rupture des fibres (class D). La contribution de ce mécanisme est d'environ 72% pour les stratifiés de lin et de l'ordre de 90% pour les stratifiés de carbone. La rupture des fibres génère alors une énergie absolue très importante. Ceci est expliqué par la grande rigidité des fibres et surtout des fibres de carbone par rapport aux autres constituants des matériaux composites. Cette contribution D_i pour les composites lin-époxyde est inférieure à celle des composites carbone-époxyde. Ce phénomène peut s'expliquer par le fait que la rigidité des fibres de carbone est supérieure à celle des fibres de lin, ainsi que la différence entre leurs fractions volumiques. Quant à la contribution du délaminage, elle varie de 10 à 20% pour tous les composites. Et après cela, la contribution de la décohésion fibres-matrice. Toutefois, contrairement au déchaussement et la rupture des fibres, la contribution du délaminage et de la décohésion fibresmatrice est plus importante pour les stratifiés à fibres de lin. En effet, le délaminage des stratifiés lin-époxyde présente 20% de l'énergie totale d'endommagement par rapport à 10% pour les stratifiés carbone-époxyde et la décohésion fibres-matrice des stratifiés lin-époxyde présente 7% par rapport à 3% pour les stratifiés carbone-époxyde. En réalité, cette différence peut être expliquée par la bonne adhérence entre les fibres de carbone et la résine époxyde par rapport aux fibres de lin. En plus, bien que le nombre de coups cumulés pour la fissuration matricielle soit le plus élevé, la contribution de ce mécanisme d'endommagement a eu une très faible participation à la contribution énergétique. Enfin, on peut en conclure que les mécanismes de la classe D s'agissent comme 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 3 autres classes sont très peu énergétiques.



Figure 3.27 – Contribution des mécanismes d'endommagement pour les six stratifiés.

3.5.2.5 Caractéristiques des classes obtenues

Les distributions des propriétés des quatre classes obtenues ont été comparées pour les différents matériaux composites testés. La figure 3.28 présente les résultats sous forme des diagrammes en boîte à moustaches pour les cinq descripteurs de classification relatifs aux quatre classes d'EA. Ces digrammes renseignent sur l'étendue de distribution des propriétés des évènements d'EA. Le premier quartile q1 et le troisième quartile q3 correspondent aux limites des boîtes à moustaches. Le deuxième quartile q2 représente la médiane correspondant à la ligne traversant les boîtes à moustaches. Les pattes des diagrammes présentent les valeurs inférieure et supérieure de la plage de chaque classe et correspondent aux moustaches du graphique. Il est clair que les quatre classes ont des caractéristiques statistiques assez similaires pour les six types de séquence d'empilements.

Par la suite, les caractéristiques moyennes des différentes classes de signaux obtenues ont aussi été comparées pour les différents matériaux composites testés et pour les cinq descripteurs choisis. La figure 3.29 montre une comparaison des valeurs moyennes des descripteurs choisis pour chaque classe dans les six types de séquence d'empilement. Une représentation graphique en "toile d'araignée" montre clairement que les signatures acoustiques peuvent être attribuées aux différentes classes et ceci en comparant les formes obtenues. Les propriétés moyennes pour tous les matériaux sont très similaires.



Figure 3.28 – *Distributions statistiques des cinq descripteurs des quatre classes d'EA : a)* Amplitude, b) Energie absolue, c) Durée, d) Nombre de coups au pic et e) Temps de montée.



Figure 3.29 – Propriétés moyennes des cinq descripteurs pour les quatre classes obtenues.

3.6 Analyse des faciès de rupture

Diverses analyses des faciès de rupture ont été réalisées pour confirmer l'efficacité de l'analyse statistique multivariable et la détection de la présence de ces mécanismes d'endommagement. Pour chaque séquence d'empilement testé en traction, des observations macroscopiques et microscopiques des modes de rupture ont été effectuées. Des échantillons, extraits des éprouvettes testées sous charge statique, ont été sélectionnés et préparés. A l'échelle macroscopique, une inspection visuelle a été réalisée pour identifier les mécanismes d'endommagement des éprouvettes tels que le délaminage ou le déchaussement de fibres. Tandis qu'à l'échelle microscopique, ces différents faciès de rupture ont été observés à l'aide du microscope électronique à balayage (MEB).

3.6.1 Analyse macroscopique de la rupture

La figure 3.30 présente les faces endommagées des six types d'échantillons étudiés. À l'échelle macroscopique, ces profils de rupture permettent d'obtenir de nombreuses informations. En effet, des fissures initiales de quelques millimètres de longueur sont détectées, suivies de la propagation des fissures suivant l'axe de traction. Plusieurs déchaussements de fibres sont également observés. Ces échantillons présentent également un délaminage entre les plis sur plusieurs millimètres, en particulier lorsque la fraction volumique de fibres de carbone est plus élevée (Figure 3.30.c, figure 3.30.e et figure 3.30.f).



Figure 3.30 – Observation des fronts de rupture des différents séquences d'empilements : a) $[L_3]_{s}$, b) $[L_2/C]_{s}$, c) $[L/C_2]_{s}$, d) $[C/L_2]_{s}$, e) $[C_2/L]_{s}$ and f) $[C_3]_{s}$.

3.6.2 Analyses microscopiques des mécanismes d'endommagement

Plusieurs observations microscopiques ont été effectuées par microscopie électronique à balayage (MEB) sur des profils d'éprouvettes en rupture. La section micrographique de la surface fracturée des stratifiés à fibres de lin, des stratifiés à fibres de carbone et des stratifiés de fibres hybrides sont présentés sur les figures figure 3.31, figure 3.32 et figure 3.33, respectivement. Il était assez difficile de détecter la fissuration de la matrice pour les différentes éprouvettes lin-époxyde, carbone-époxyde et hybrides lin/carbone, ce qui a été observé sur les figures figure 3.31.b et figure 3.32.b étiquette 1. En général, il s'agit de la propagation des fissures initiales à l'interface entre les faisceaux de lin et la matrice ou entre les fibres de carbone

et la matrice. De nombreuses fissurations entre les fibres élémentaires de lin adjacentes ont été observées à l'intérieur des faisceaux de fibres (Figure 3.31.c, étiquette 3). On a observé également un décollement de la matrice des fibres pour les stratifiés de lin dans la figure 3.31.c étiquette 2 et pour les stratifiés de carbone dans la figure 3.32.c étiquette 1. Des fibres de lin et de carbone bien séparées se sont cassées très près de la matrice (figure 3.31.b et figure 3.32.c étiquette 3). Un retrait massif de fibres a été observé pour chaque catégorie d'échantillon (Figure 3.31.a étiquette 1, figure 3.32.d étiquette 1 et figure 3.33.b étiquette 2). De plus, on a observé plusieurs fibres arrachées sur la figure 3.31.b étiquette 2 pour le composite lin-époxyde et sur les figure 3.32.b et c étiquette 2 pour le composite carbone-époxyde. Enfin, un délaminage a également été observé dans les figure 3.32.a et figure 3.33.a (étiquette 1). En plus du délaminage entre les couches de lin et du délaminage entre les couches de lin et de carbone a été observé pour les composites hybrides (Figure 3.33.b étiquette 1).











Figure 3.31 – Observations MEB des différents faciès de rupture des stratifiés en fibre de lin.



Figure 3.32 – Observations MEB des différents faciès de rupture des stratifiés en fibre de carbone.



Figure 3.33 – Observations MEB des différents faciès de rupture des stratifiés hybrides lin/carbone.

3.7 Conclusion

Le comportement mécanique en traction des matériaux composites en fibres de lin, en fibres de carbone et hybrides lin/carbone, a été étudié. Les résultats expérimentaux montrent que l'ajout des couches de carbone dans le stratifié à fibres de lin entraîne une amélioration des propriétés

mécaniques du composite hybride, du fait que les fibres de carbone sont plus rigides que les fibres de lin.

Dans la deuxième partie, le comportement mécanique en flexion 3-points des matériaux composites a été étudié. Les résultats expérimentaux montrent que les propriétés mécaniques s'améliorent avec l'ajout des couches de carbone dans le stratifié à fibres de lin. Ce résultat obtenu est justifié aussi du fait que les fibres de carbone sont plus performantes et plus rigides que les fibres de lin. De plus, la séquence d'empilement du stratifié possède un effet très important. En effet, pour la même fraction volumique de fibres, les propriétés mécaniques des composites avec des couches extérieures en carbone sont plus élevées que celles des couches en lin.

Par la suite, les essais de traction réalisés sur les différentes éprouvettes dans le sens des fibres ont été suivis par la technique d'EA pour étudier l'initiation et l'évolution des mécanismes d'endommagement. L'analyse statistique multivariable des signaux d'EA a permis d'identifier quatre classes d'endommagement à partir de leurs signatures acoustiques : la fissuration matricielle, la décohésion fibre-matrice, le délaminage, le déchaussement et la rupture de fibres. Les résultats obtenus à partir de cette analyse ont montré que l'endommagement des différents matériaux composites est principalement dû à la fissuration matricielle, qui présente la majorité des signaux d'EA. Ces résultats montrent aussi que le nombre d'évènements croît avec l'augmentation de la teneur en fibres de carbone. Cette identification a révélé aussi que, même si le nombre d'événements associés à la rupture des fibres était le plus faible, leur contribution à l'énergie d'EA cumulée était la plus importante. Les analyses microscopiques effectuées sur les faciès de rupture ont confirmé la présence des quatre modes d'endommagement identifiés par la classification appliquée. Enfin, la technique d'EA utilisée est efficace pour la détection des mécanismes d'endommagement (Figure 3.31 à figure 3.33).

L'analyse du comportement mécanique des matériaux non-hybrides et hybrides en statique, développée dans ce chapitre, est indispensable pour la suite des travaux. Plus particulier, pour l'étude du comportement en fatigue cyclique des différents matériaux. En effet, on a déterminé leurs propriétés à la rupture. Aussi pour l'étude du comportement en vibration en utilisant les propriétés des couches unidirectionnelles des stratifiés étudiés.

Chapitre 4.

Comportement en fatigue cyclique des composites non-hybrides et hybrides lin/carbone

Résumé

Ce chapitre présente une étude expérimentale du comportement des composites constitués de fibres de lin, fibres de carbone et fibres hybrides lin/carbone, sous chargement en fatigue cyclique. Les essais ont été menés en traction et en flexion 3-points. La première partie de ce chapitre décrit les résultats obtenus en fatigue sous la sollicitation de traction. Les éprouvettes étudiées sont unidirectionnelles avec des fibres orientées dans le sens de la sollicitation et elles ont été étudiées en statique. Les essais ont été effectués en contrôlant la force. Les effets du chargement appliqué, de l'hybridation, de la séquence d'empilement sur la rigidité, les cycles d'hystérésis, l'amortissement et la durée de vie des différents composites stratifiés ont été étudiés. Les essais ont été accompagnés par un contrôle en utilisant l'émission acoustique afin d'identifier les mécanismes d'endommagement et de suivre leur évolution au cours des essais jusqu'à la rupture des stratifiés. Plusieurs classes d'évènements acoustiques ont été obtenues et ont été associées à des signatures acoustiques des différents mécanismes d'endommagement. La deuxième partie de ce chapitre est consacrée à l'analyse du comportement en fatigue cyclique en flexion des composites non-hybrides et hybrides lin/carbone. Les éprouvettes unidirectionnelles sont sollicitées en flexion 3-points dans une configuration privilégiant le comportement en flexion pure. Les essais ont été menés en contrôlant le déplacement avec différents niveaux de chargement. L'évolution des propriétés mécaniques en fonction du nombre de cycles de fatigue a été discutée. De plus, l'énergie dissipée et l'amortissement ont été déterminés en fonction du nombre de cycles et ont été comparés pour les différents stratifiés. L'effet de l'hybridation a été étudié à travers la rigidité, les cycles d'hystérésis et l'amortissement.

4.1 Introduction

En plus du comportement mécanique en statique étudiés dans le chapitre précédent, le comportement en fatigue cyclique des composites présente une grande importance dans différents secteurs. Dans le dimensionnement d'une structure, l'endommagement des matériaux en fatigue est un phénomène majeur à considérer. Généralement, durant le cycle de sa vie, les contraintes mécaniques appliquées sont très inférieures aux contraintes à la rupture en statique. En revanche, elles peuvent être répétées en un très grand nombre de fois. Au cours de ces sollicitations cycliques, plusieurs défauts peuvent apparaître et se propager, entraînant alors une perte des propriétés mécaniques pouvant mener à la dégradation totale de la structure. De plus, la dissipation d'énergie constitue un facteur essentiel dans la conception mécanique des structures. Ainsi un amortissement suffisant est indispensable pour éviter la rupture par fatigue.

Plusieurs études ont été menées afin de caractériser le comportement en fatigue des composites renforcés de fibres végétales et synthétiques. Gassan (2002) a étudié le comportement de différents composites constitués de fibres de jute et de lin tissés et de résines polyester, époxyde et polypropylène en fatigue cyclique sous sollicitation de traction-traction. Il a constaté que le type et les propriétés des fibres, l'architecture du textile et la teneur en fibres affectent le comportement en fatigue. Également, d'autres auteurs (Shah et al. (2013) et Bensadoun et al. (2016)) ont mis en évidence l'influence des renforts et de leurs architectures sur le comportement des éco-composites en fatigue. Shah et al. (2013) ont examiné la durée de vie en fatigue des composites renforcés en fibres de jute, de chanvre et de lin. Ces auteurs ont comparé les caractéristiques des composites en fibres végétales à celles des composites en fibres de verre. Ils ont constaté que les performances en fatigue des composites constitués de fibres de verre sont nettement supérieures à celles des éco-composites. De plus, le taux de dégradation de la résistance à la fatigue de ces composites est plus faible. Dans un autre travail, Bensadoun et al. (2016) ont proposé une étude du comportement en fatigue des différents composites à fibres de lin avec de différentes séquences d'empilement (unidirectionnelles, quasiunidirectionnelles, stratifiées croisées, tissus, etc.). Les auteurs ont confirmé alors que le comportement en fatigue des bio-composites dépend fortement de l'architecture du renfort. De plus, les résultats obtenus pour toutes les configurations révèlent des tenues en fatigue très intéressantes, comparables aux composites en fibres de verre, laissant tout à fait envisageable l'utilisation de ces matériaux pour des applications industrielles. Liang et al. (2012) ont étudié le comportement en fatigue des composites lin/époxyde et verre/époxyde sous sollicitation de traction. Ils ont constaté que la résistance mécanique en fatigue des composites en fibres de lin est inférieure à celle des composites en fibres de verre. Ils ont attribué cette faiblesse à la différence de résistance ultime à la traction des fibres. Cependant, la durée de vie des composites en fibre de lin est plus élevée que celle des composites en fibres de verre. Zhang *et al.* (2002) ont étudié les processus d'endommagement créés en fatigue des composites en fibres unidirectionnelles de carbone et de verre. Ils ont constaté que l'amortissement est plus sensible que la rigidité. Ces auteurs ont recommandé l'étude de l'amortissement dans l'évaluation des processus d'endommagement induits par les essais de fatigue.

Actuellement, peu de résultats sont disponibles concernant le comportement mécanique en fatigue de structures composites hybrides fibres naturelles-fibres synthétiques. Ainsi, ce chapitre présente les résultats de l'étude du comportement en fatigue des composites linépoxyde, carbone-époxyde et hybrides lin/carbone. Les essais de fatigue cyclique ont été effectués sur des éprouvettes sollicitées en traction et en flexion avec différents niveaux de chargement. Dans la première section, les essais de fatigue ont été effectués sous sollicitation de traction uni-axiale à l'aide d'un chargement sinusoïdal réalisé par une charge imposée. Pour la deuxième section, les essais de fatigue ont été effectués sous sollicitation de flexion troispoints à l'aide d'un chargement sinusoïdal réalisé par un déplacement imposé. Ainsi, les résultats obtenus dans les différents composites pourront être comparés entre eux afin d'évaluer l'effet de l'hybridation sur les caractéristiques mécaniques et le comportement des matériaux.

4.2 Protocoles expérimentaux

4.2.1 Essais de fatigue en traction

Les essais expérimentaux de fatigue cyclique ont été réalisés sur différentes éprouvettes composites non-hybrides et hybrides lin/carbone sollicités en traction. Les différents types d'éprouvettes ont été préalablement testées en traction quasi-statique au chapitre précédent. Les éprouvettes sont toutes unidirectionnelles avec des directions de fibres de 0°.

Les essais de fatigue ont été réalisés sur une machine hydraulique standard INSTRON 8516 d'une capacité de 100 kN. Un ordinateur dédié a été connecté à la machine pour la surveillance et l'acquisition des données. Les éprouvettes ont été testées en fatigue cyclique en traction conformément à la norme d'essais standard ASTM D3039 / D3039 M (Figure 4.1). Cinq échantillons au moins ont été préalablement testés en traction statique pour déterminer la charge ultime à la rupture F_u de chaque type d'éprouvettes (paragraphe 3.2.1).


Figure 4.1 – Dispositif expérimental de l'essai de fatigue en traction.

Les essais de fatigue ont été réalisés en utilisant une forme d'onde de type sinusoïdale avec une fréquence constante de 10 Hz. Les essais ont été effectués sous contrôle de l'amplitude de la charge à la température ambiante. Les éprouvettes ont été sollicitées avec différents niveaux de charge appliquée (r_F) définis par :

$$r_F = \frac{F_{\text{max}}}{F_u} \tag{4.1}$$

où F_{max} est la charge maximale appliquée. Plusieurs niveaux de chargement ont été testés. Le rapport de la charge appliquée R_F est maintenu constant et égal à 0.1, et est défini par :

$$R_F = \frac{F_{\min}}{F_{\max}} = 0.1 \tag{4.2}$$

où F_{\min} est la charge minimale appliquée. Au début de l'essai, l'éprouvette a été chargée à une vitesse de déplacement constante de 1 mm/min. La charge appliquée augmente jusqu'à atteindre la charge moyenne appliquée F_m où $F_m=(F_{\max}+F_{\min})/2$. Par la suite, l'éprouvette a été testée jusqu'à la rupture avec la forme d'onde sinusoïdale d'une amplitude F_a où $F_a=(F_{\max}-F_{\min})/2$ (Figure 4.2).



Temps t

Figure 4.2 – Caractéristiques des essais de fatigues.

4.2.2 Essais de fatigue en flexion

Des essais de fatigue en flexion trois-points ont été effectués dans des conditions d'essai identiques à celles des essais statiques selon la procédure décrite au paragraphe 3.2.2 sur des éprouvettes non-hybrides et hybrides lin/carbone. Les essais de fatigue ont été menés en contrôlant le signal du déplacement. Ils ont été réalisés en imposant une forme d'onde du signal sinusoïdale avec une fréquence constante de 5 Hz (Figure 4.3). Dans le cas de ces essais réalisés, un déplacement moyen constant d_m égal à 50% du déplacement à la rupture en statique d_{rup} a été imposé. Les éprouvettes ont été sollicitées avec différents niveaux de déplacement appliqué (niveaux de chargement) r_d définis par :

$$r_d = \frac{d_{\max}}{d_{rup}} \tag{4.3}$$

avec d_{max} représente le déplacement maximal appliqué. Plusieurs niveaux de chargement r_d ont été imposé (0.6, 0.65, 0.7 et 0.75). Le tableau 4.1 présente les différents paramètres d'essais utilisés. Trois éprouvettes pour chaque type de matériaux et pour chaque niveau ont été testées afin de prendre en considération la variabilité des résultats. Au cours de ces essais, le déplacement et la charge ont été enregistrés jusqu'à 10⁴ cycles pour tous les matériaux. Ce nombre de cycles étant suffisant pour étudier le comportement de ces matériaux et les comparer, en particulier les premiers mécanismes d'endommagement. Au-delà de 10⁴ cycles de nombreux phénomènes d'endommagement sont activés et leurs descriptions restent difficiles à analyser.



Figure 4.3 – Déplacement sinusoïdal appliqué.

Matériaux composites	Amplitude d_a (mm)					
	$r_d = 0,6$	$r_d = 0,65$	$r_d = 0,7$	$r_d = 0,75$		
$[L_6]_s$	0,75	1,13	1,5	1,9		
$[L_4/C_2]_s$	0,57	0,86	1,15	1,44		
$[L_2/C_4]_s$	0,47	0,7	0,95	1,19		
$[C_2/L_4]_s$	0,21	0,32	0,43	0,54		
$[C_4/L_2]_s$	0,19	0,28	0,38	0,48		
[C ₆] _s	0,17	0,26	0,34	0,43		

Tableau 4.1 – Paramètres expérimentaux des essais de fatigue en flexion.

4.3 Comportement mécanique en fatigue des composites sollicité en traction

Les matériaux composites non-hybrides et hybrides lin/carbone ont été testés sous un chargement de fatigue cyclique à différents niveaux de chargement jusqu'à la rupture.

4.3.1 Evolution de la rigidité

Pour suivre l'évolution de l'endommagement par fatigue des composites étudiés, l'évolution de la rigidité constitue l'une des méthodes les plus utilisées (Roundi *et al.*, 2018; Liang *et al.*, 2012). Généralement, la rigidité est caractérisée par l'évolution du déplacement maximal d_{max} rapporté à celui obtenu dans le premier cycle $d_{0\text{max}}(d_{0\text{max}}/d_{\text{max}})$. Au cours des essais, l'évolution du déplacement maximal d_{max} en fonction du nombre de cycles (*N*) a été enregistrée. La figure 4.4 présente un résultat typique de la perte de rigidité en fonction du nombre de cycles (*N*) pour le composite lin-époxyde avec un niveau de chargement $r_F = 0.6$ avec des échelles linéaire et

semi-logarithmique. Le résultat obtenu montre que la perte de rigidité jusqu'à la rupture des éprouvettes se déroule en trois phases distinctes. La première phase est caractérisée par une perte rapide de la rigidité initiale. Cette perte est enregistrée dès les premiers cycles correspondant à l'initiation et à la multiplication de la fissuration de la matrice ainsi qu'aux certaines ruptures prématurées des fibres. Dans la deuxième phase intermédiaire, la dégradation de la rigidité devient très lente et sensiblement linéaire en fonction du nombre de cycles. Elle correspond à la propagation stable de la fissuration de la matrice, à l'émergence et à la propagation du délaminage et de la décohésion interfaciale entre la matrice et les fibres. Cette phase correspond à 80% de la durée de vie mais avec une dégradation de rigidité entre (10 à 35%). Enfin, la troisième phase, très courte jusqu'à la fin de la durée de vie de l'éprouvette. Cette phase correspond à une croissance soudaine de tous les mécanismes d'endommagement de fatigue jusqu'à la rupture des fibres entrainant la ruine finale de l'éprouvette.



Figure 4.4 – *Courbe typique de l'évolution de la rigidité* (d_{0max}/d_{max}) *en fonction du nombre de cycles* (N) : *a) échelle linéaire et b) échelle semi-logarithmique.*

L'évolution de la rigidité en fonction du nombre de cycles (*N*) des différents stratifiés non hybrides et hybrides lin/carbone, sous différents niveaux de chargement r_F , est présentée sur la figure 4.5 avec une échelle semi-logarithmique. L'état d'endommagement des matériaux dépend du nombre de cycles est très sensible au niveau de chargement appliqué. En effet, pour un niveau de chargement faible, la rigidité diminue lentement entrainant une durée de vie plus longue pour les différents matériaux composites (Figure 4.5). Par conséquent, pour une faible charge appliquée (par exemple $r_F = 0.6$), correspondant à une faible amplitude, quelques mécanismes d'endommagement sont activés avec une propagation lente, entrainant une durée de vie en fatigue très longue. Alors pour un niveau de chargement élevé, plusieurs mécanismes sont activés dès les premiers cycles entrainant aussi leur propagation rapide et une courte durée de vie.



Figure 4.5 – Evolution de la rigidité (d_{0max}/d_{max}) en fonction du nombre de cycles pour différents niveaux de chargement (r_F) et pour les différents composites.

La figure 4.6 présente une étude comparative de l'ensemble des matériaux étudiés pour deux niveaux de chargement r_F (0.65 et 0.80). L'analyse de ces résultats montre que, pour le même niveau de charge appliqué, les taux de dégradation de la rigidité des stratifiés constitués de

fibres de lin et les stratifiés hybrides lin/carbone sont supérieurs à ceux des stratifiés constitués de fibres de carbone.

La durée de vie en fatigue d'un stratifié en fibres de lin est supérieure à celle d'un stratifié de fibres de carbone. La rupture brutale des stratifiés de fibres de carbone survient après une faible réduction de la rigidité, alors que dans le cas des stratifiés en fibres de lin, la rupture est moins brutale.



Figure 4.6 – Comparaison de la perte de rigidité (d_{0max}/d_{max}) en fonction du nombre de cycles (N) des différents matériaux pour deux niveaux de chargement : a) $r_F = 0.8$ et b) $r_F = 0.65$.

La présence de fibres de lin dans le stratifié composite est celui à l'origine d'un comportement non linéaire et d'une rupture moins fragile. La dégradation des stratifiés en fibres hybrides se situe entre celles des deux stratifiés en fibres non hybrides (lin et carbone) et dépend du taux de chaque constituant.

4.3.2 Cycles d'hystérésis

Afin d'analyser le comportement endommageable des matériaux de l'étude au cours de la fatigue, une inspection des courbes d'hystérésis à différents nombres de cycles et niveaux de chargement a été réalisée. En fait, lors des essais de fatigue cyclique, 100 points expérimentaux au moins ont été enregistrés pour chaque cycle. Les données de la charge et du déplacement ont été collectées en temps réel. Les cycles d'hystérésis sont obtenus à partir des courbes de chargement et de déchargement en fonction du déplacement. A titre d'exemple, les courbes de charge/déplacement pour les deux stratifiés lin-époxyde ($[L_3]_s$) et carbone-époxyde ($[C_3]_s$) pour un niveau de chargement $r_F = 0.65$, sont présentés dans la figure 4.7. Afin de mieux présenter ces figures, la boucle de chaque cycle est décalée le long de l'axe de déplacement. Pour les deux stratifiés composites, le comportement est assez similaire. A un niveau de charge constant, on peut constater que les courbes des cycles de chargement/déchargement évoluent vers des déformations élevées. En fait, le déplacement maximal augmente avec l'augmentation du nombre de cycles de fatigue. On remarque aussi que la surface des boucles d'hystérésis diminue lorsque le nombre de cycles augmente. Cette diminution peut être attribuée à la forte activité des mécanismes d'endommagement au début de l'essai de fatigue, puis à un ralentissement de ces activités en raison de leur propagation.



Figure 4.7 – Evolution des cycles d'hystérésis pour un niveau de chargement $r_F=0.65$ pour les deux matériaux composites stratifiés : a) lin $[L_3]_s$ et b) carbone $[C_3]_s$.

D'autre part, au cours des derniers cycles, la surface des boucles d'hystérésis a tendance à augmenter en raison de l'augmentation des mécanismes d'endommagement provoquant ainsi la rupture de l'éprouvette.

Afin de mettre en évidence l'effet de l'hybridation sur les boucles d'hystérésis, une comparaison a été effectuée à différents nombres de cycles $(10^0, 10^1, 10^2 \text{ et } 10^3 \text{ cycles})$ pour un niveau de chargement appliqué $r_F = 0.65$. La figure 4.8 présente l'évolution des boucles d'hystérésis pour les matériaux hybrides avec des couches externes de carbone ([C₂/L]_s et [C/L₂]_s) et la figure 4.9 présente l'évolution des boucles d'hystérésis pour les matériaux hybrides avec des couches externes de lin ([L₂/C]_s et [L/C₂]_s). Pour un nombre de cycles donné, on remarque que l'aire intérieure des boucles d'hystérésis augmente avec l'augmentation du taux de fibres de carbone.



Figure 4.8 – Evolution des cycles d'hystérésis pour un niveau de chargement r_F=0.65 pour les matériaux hybrides avec des couches externes en fibres de carbone : a) 10⁰ cycles,
b) 10¹ cycles, c) 10² cycles et d) 10³ cycles.



Figure 4.9 – Evolution des cycles d'hystérésis pour un niveau de chargement r_F=0.65 pour les matériaux hybrides avec des couches externes en fibres de lin : a) 10⁰ cycles,
b) 10¹ cycles, c) 10² cycles et d) 10³ cycles.

4.3.3 Evolution de l'amortissement en fatigue

En considérant les cycles d'hystérésis présentés dans les figures (figure 4.7 à figure 4.9), il est possible de séparer leurs enveloppes externes en deux parties comme le montre la figure 4.10 : une phase de charge f(d), pendant laquelle la charge (F) et le déplacement (d) augmentent et une phase de décharge g(d), pendant laquelle ces deux grandeurs diminuent. La surface délimitée par le cycle d'hystérésis représente l'énergie dissipée E_d par le matériau. Cette énergie est dissipée par le matériau lorsqu'il subit une sollicitation pendant un cycle donné. Cette énergie E_d peut être calculée en intégrant l'aire de la boucle d'hystérésis (Farooq, 2003) comme suit :

$$E_d = \int_{d_{\min}}^{d_{\max}} F d\delta \tag{4.4}$$

Où d_{\min} et d_{\max} sont les déplacements minimum et maximum lors du chargement cyclique, respectivement.



Figure 4.10 – Représentation d'un cycle d'hystérésis.

Dans notre étude, cette énergie dissipée par cycle est calculée numériquement, en divisant la surface du cycle en n éléments, à l'aide d'une simple somme trapézoïdale des surfaces. Cette formulation a été utilisée par Idriss *et al.*, 2013 et Ben Ammar *et al.*, 2014, et donnée par l'équation 4.6 :

$$E_{d} = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^{n} (d_{i+1} - d_{i}) \left\{ \left[f(d_{i+1}) + f(d_{i}) \right] - \left[g(d_{i+1}) + g(d_{i}) \right] \right\}$$
(4.5)

L'énergie potentielle E_p est l'énergie apportée au système. Elle est représentée par l'aire totale sous la partie de chargement f(d) (somme des surfaces grisées sur la figure 4.10. Elle peut être aussi calculée par la même méthode utilisée pour le calcul de l'énergie dissipée (E_d). Pour chaque cycle, l'énergie potentielle E_p est donnée par l'équation 4.7.

$$E_{p} = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^{n} (d_{i+1} - d_{i}) \left[f(d_{i+1}) + f(d_{i}) \right]$$
(4.6)

L'amortissement, qui est défini par le facteur de perte, dépend de plusieurs paramètres. L'amortissement résulte de la nature viscoélastique de la matrice et des fibres, de l'amortissement par frottement du Coulomb dû aux régions non liées entre fibre/fibre ou fibre/matrice, de la séquence d'empilement, de la dissipation d'énergie à cause des mécanismes d'endommagement. Il est recommandé pour la caractérisation et l'évaluation des performances des matériaux composites en fatigue. Ainsi, l'amortissement est le rapport entre l'énergie dissipée par cycle E_d (équation 4.6) et l'énergie potentielle stockée par cycle E_p (équation 4.7). En effet, le facteur d'amortissement est calculé en utilisant l'équation suivante:

$$\eta = \frac{E_d}{2\pi E_p} \tag{4.7}$$

La figure 4.11 présente une courbe typique de l'évolution du facteur de perte en fonction du nombre de cycles (*N*) d'une éprouvette lin-époxyde pour un niveau de chargement r_F =0.65 avec une échelle linéaire et une échelle semi-logarithmique. Ce résultat permet d'identifier trois phases distinctes de l'évolution du facteur de perte en fonction du nombre de cycles jusqu'à la rupture de l'éprouvette. La première phase présente une diminution rapide après quelques cycles. Cette diminution est souvent attribuée aux premiers mécanismes d'endommagement initiés dès les premiers cycles. Suivie d'une phase stable, où l'énergie dissipée n'évolue pas ou peu avec le nombre de cycles. Cette phase peut être attribuée à la propagation stable des endommagements. Dans les derniers cycles, on observe une légère augmentation de l'amortissement. Cette augmentation commence plus tôt pour les niveaux de charge plus élevés. Dans cette phase, plusieurs mécanismes d'endommagement sont créés entrainant une augmentation du facteur de perte.



Figure 4.11 – *Courbe typique de l'évolution du facteur de perte en fonction du nombre de cycles (N) : a) échelle linéaire et b) échelle semi-logarithmique.*

La figure 4.12 illustre l'évolution de l'amortissement en fonction du nombre de cycles en utilisant une échelle semi-logarithmique des composites non-hybrides et hybrides lin/carbone pour les différents niveaux de chargement appliqué. Il est à noter que l'évolution des facteurs de perte dans l'ensemble des matériaux étudiés, est semblable à celle décrite précédemment.

Ce comportement a été observé de Monte *et al*, 2010 et Tan *et al*, 2010 et rapporté dans leurs travaux. Nous observons aussi que le facteur de perte augmente avec le niveau de charge appliquée pour tous les matériaux composites. Le résultat obtenu peut être justifié par l'augmentation de l'énergie dissipée qui augmente avec charge est élevée et la déformation associée.



Figure 4.12 – *Evolution du facteur de perte en fonction du nombre de cycles (N) pour différents niveaux de chargement (r_F) et pour les différents composites.*

La figure 4.13 montre une comparaison des facteurs de perte en fonction de la teneur en fibres de lin pour les différents matériaux et à différents nombres de cycles $(10^0, 10^1, 10^2 \text{ et } 10^3 \text{ cycles})$. Les valeurs des coefficients d'amortissement des stratifiés en fibres de lin sont nettement plus élevées que celles des stratifiés en fibres de carbone et surtout au début du cyclage $(10^0, 10^1 \text{ et } 10^2)$. Ceci met en évidence le fait que les couches en fibres de lin possèdent un niveau de dissipation d'énergie élevé. Les valeurs élevées d'amortissement des composites lin-époxyde sont dues au comportement viscoélasticité et à l'architecture des fibres de lin, mais aussi à l'interface fibre/fibre et fibre/matrice. En effet, Duc *et al.* (2014) ont montré que la structure de la fibre de lin augmente la dissipation d'énergie à travers les phénomènes de frottement dans chaque paroi cellulaire, notamment entre la cellulose et l'hémicellulose ainsi que les phénomènes de frottement entre les parois cellulaires.



Figure 4.13 – Comparaison des facteurs de perte en fonction de la fraction volumique en fibres de lin pour un niveau de chargement $r_F = 0.65$ et pour les différents composites aux nombres de cycles : a) 10^o cycles, b) 10¹ cycles, c) 10² cycles et d) 10³ cycles.

Afin d'évaluer l'effet de la séquence d'empilement, nous avons comparé les résultats obtenus des deux couples de matériaux : le couple $[L_2/C]_s$ et $[C/L_2]_s$ ainsi que le couple $[L/C_2]_s$ et $[C_2/L]_s$. L'influence de la position des couches de fibres de lin et de carbone est nettement visible. Pour chaque couple, nous observons que l'amortissement est plus élevé pour le stratifié composite avec des couches internes de fibres de lin. A titre d'exemple, pour un nombre de cycles 10^2 cycles, le composite $[C/L_2]_s$ possède un coefficient d'amortissement de 1.16% et qui est supérieur par 10% à celui de $[L_2/C]_s$. Ceci met en évidence le fait que l'amortissement des structures en fatigue est dominé par les couches internes en fibres de lin. Ainsi, les couches internes en fibres de lin jouent un rôle très important dans l'amortissement et améliorent de manière significative les propriétés d'amortissement de la structure.

4.3.4 Durée de vie

La durée de vie est une caractéristique importante du comportement des matériaux au cours des essais de fatigues. Pour déterminer les performances des matériaux composites en fatigue, différents critères d'évaluation de l'endommagement N_3 , N_5 , N_{10} et N_R sont considérés dans la littérature à partir des courbes donnant l'évolution de la rigidité en fonction du nombre de cycles. Les critères N_3 , N_5 et N_{10} correspondent respectivement à des pertes de 3%, 5% et 10% de la de la rigidité par rapport à sa valeur initiale. Le critère N_R correspond au nombre de cycles à la rupture finale de l'éprouvette. Généralement, la rupture finale est atteinte pour les essais de fatigue en traction avec une charge imposée. Ainsi, pour chaque niveau de chargement (r_F), le nombre de cycles jusqu'à la rupture (N_r), a été déterminé à partir de plusieurs essais pour les différents composites étudiés.

Les durées de vie des matériaux composites étudiés sont données dans les diagrammes d'endurance (Figure 4.14). Ces figures présentent les durées de vie pour les différents niveaux de chargement imposés, c'est-à-dire le nombre de cycles nécessaires pour atteindre la rupture de l'éprouvette. Ces diagrammes donnent l'évolution de la contrainte maximale en fonction du nombre de cycles à la rupture (N_r). On remarque que la durée de vie en fatigue diminue avec l'augmentation du niveau de chargement. Malgré une dispersion importante des valeurs de la durée de vie, les résultats obtenus peuvent être interpolés par des droites logarithmiques. En effet, comme illustré sur la figure 4.14, après avoir tracé les courbes de Wöhler, des équations de régression de loi logarithmique (équation 4.9) ont été déterminées pour chaque matériau permettant de comparer le comportement des matériaux.

$$\sigma = A - B \ln(N_r) \tag{4.8}$$

où σ est la contrainte maximale appliquée (MPa), A et B sont des constantes intrinsèques qui dépendent du type de matériau; A est le point d'intersection entre l'axe des contraintes et la droite d'interpolation. Ce point doit correspondre à la contrainte ultime obtenue en statique du matériau. Le coefficient B représente la pente de la droite d'endurance du matériau qui décrit le taux de dégradation de la rigidité du matériau (Farooq, 2003).



Figure 4.14 – Courbe de Wöhler pour les différents matériaux composites.

Le tableau 4.2 présente les paramètres identifiés de fatigue (A et B) basés sur l'équation 4.9 et le coefficient de régression R^2 de la courbe médiane de Wöhler pour chaque matériau. Tous les coefficients de régression R^2 sont proches de 1 ($R^2 > 0.95$), ce qui indique que la relation proposée décrit correctement les points de données expérimentales.

L'analyse des résultats obtenus, montre que l'ensemble des valeurs du paramètre A converge vers les contraintes ultimes déterminées en statiques. En effet, lorsque le chargement est voisin de celui de la rupture en statique, la rupture est obtenue dès les premiers cycles, par contre pour des faibles chargements, la rupture est obtenue pour des nombres de cycles élevés.

La figure 4.15 compare les courbes de Wöhler pour les différents matériaux composites. Ces résultats révèlent que le composite carbone-époxyde présente une meilleure résistance au chargement en fatigue cyclique que le matériau composite en fibres de lin $[L_3]_s$. Le paramètre B qui décrit le taux de dégradation de la rigidité est un paramètre très utile. Une valeur élevée de B implique une pente raide de la courbe de Wöhler et donc une dégradation rapide de la résistance à la fatigue. La pente de la courbe des composites carbone-époxyde est plus importante (B = 62,9) que celle des composites lin-époxyde (B = 7), indique une diminution du niveau de charge plus importante avec la durée de vie en fatigue. En effet, le paramètre B peut être utilisé comme indicateur de prévision de la performance en fatigue tout au long de la durée de vie. Bien que l'interface entre la fibre de lin et la matrice époxyde soit faible en raison d'une mauvaise adhésion des fibres végétales hydrophiles à la matrice hydrophobe, le taux d'accumulation des endommagements dans le stratifié en fibres de lin $[L_3]_s$ est plus lent que dans ceux du stratifié en fibres de carbone $[C_3]_s$. Ce comportement pourrait être justifié par le redressement des microfibrilles. En fait, la réorientation progressive des microfibrilles de la cellulose dans les fibres végétales vers le sens du chargement.

Des résultats du tableau 4.2 et de la figure 4.15, on note que le paramètre B augmente avec l'augmentation du taux de fibres de carbone pour les matériaux composites en fibres hybrides. En plus, ils montrent que les valeurs de B sont du même ordre de grandeurs pour les deux couples hybrides avec le même taux de fibres de lin et de carbone. Par exemple, le couple de matériaux hybrides ($[L/C_2]_s$ et $[C_2/L]_s$) ont des valeurs du paramètre B très similaires (55.75 et 52.82). Ce résultat indique que la dégradation de rigidité représentée par le paramètre B dans les essais de fatigue est indépendante de la position des couches dans les composites.

Matériaux	[L ₃] _s	$[L_2/C]_s$	[C/L ₂] _s	[L/C ₂] _s	[C ₂ /L] _s	[C ₃] _s
Paramètre A	198	510	552	1125	1130	1540
Paramètre B	7,07	21,93	33,47	55,75	52,82	62,97
Coefficient de regression R ²	0,9763	0,9503	0,9859	0,9759	0,9734	0,9549

Tableau 4.2 – Les propriétés de fatigue des différentes séquences d'empilement.



Figure 4.15 – Comparaison des courbes de Wöhler des différents matériaux composites.

Pour mieux mettre en évidence l'influence du taux de fibres et du fait que le paramètre B est indépendant des séquences d'empilement, on considère les stratifiés ([L₃]_s, [L₂/C]_s, [L/C₂]_s et [C₃]_s). La figure 4.16 présente les courbes de Wöhler en utilisant le niveau de chargement ($r_F = F_{max}/F_u$) en fonction de la durée de vie. Le diagramme de Wöhler normalisé permet facilement de comparer les performances d'endurance des différents matériaux. La figure 4.16 montre que les courbes de Wöhler des composites sont toutes parallèles et leur ordre est inversé. On peut dire que le stratifié en fibres de lin [L₃]_s semble avoir la meilleure performance en endurance que le stratifié en fibres de carbone [C₃]_s. Ce résultat indique que pour un même niveau de chargement r_F , lorsque le taux de fibres de lin augmente dans le composite sa durée de vie augmente.



Figure 4.16 – Courbes de Wöhler en fonction du taux de fibres de lin.

4.4 Comportement mécanique en fatigue des composites sollicités en flexion

Plusieurs études ont démontré que selon l'orientation des fibres, les composites à matrice polymère présentent un meilleur comportement à la fatigue, soit supporter des déformations importantes dans le sens transversal (flexion), soit une bonne résistance à la fatigue dans le sens longitudinal. La présente étude est consacrée à l'analyse des propriétés en fatigue cyclique des composites en fibres hybrides lin/carbone et non hybrides sollicités en flexion 3-points. Différents types d'éprouvette unidirectionnelles, préalablement testées en flexion quasistatique au chapitre précédent, ont été considérées.

4.4.1 Evolution des propriétés mécaniques

L'évolution de la rigidité en contrôle déplacement constitue l'une des méthodes les plus utilisées pour suivre l'évolution de l'endommagement crée par fatigue des composites (Bezazi *et al.*, 2003a, 2003b). Au cours de ces essais, la contrainte maximale σ_{max} a été enregistrée en fonction du nombre de cycles *N*. Nous avons reporté sur la figure 4.17 avec une échelle semilogarithmique, l'évolution de la contrainte maximale σ_{max} en fonction du nombre de cycles *N* pour les différents matériaux composites et les niveaux de chargement. Ces résultats montrent que la contrainte maximale, supportée par l'éprouvette, dépend du nombre de cycles de fatigue et de niveau de chargement.



Figure 4.17 – Evolution de la contrainte maximale en fonction du nombre de cycles à différents niveaux de chargement r_d pour les différents composites.

D'une manière générale, la contrainte maximale diminue avec l'augmentation du nombre de cycles. L'influence du niveau de chargement est aussi nettement visible par la séparation des

différentes courbes. En effet, la contrainte maximale diminue avec la diminution du niveau de chargement appliquée pour tous les matériaux composites.

D'autre part, l'effet de l'hybridation et de la séquence d'empilement sur la contrainte maximale a été étudié. A titre d'exemple, la figure 4.18 montre une comparaison de l'évolution de σ_{max} en fonction du nombre de cycles pour un niveau de chargement $r_d = 0.65$ pour les différents matériaux composites étudiés. En effet, la contrainte maximale augmente avec la fraction volumique des fibres de carbone et diminue d'une manière similaire lorsque le nombre de cycles augmente. En plus, pour la même fraction volumique des fibres, on remarque que les contraintes des composites avec des fibres de carbone à l'extérieur sont plus élevées que celles des composites avec des fibres de carbone à l'intérieur du composite.



Figure 4.18 – Evolution de la contrainte maximale en fonction du nombre de cycles pour

un niveau de chargement $r_d = 0.65$, pour les différents composites.

La rigidité en fatigue est généralement définie par le rapport $\sigma_{\text{max}}/\sigma_{0\text{max}}$, où $\sigma_{0\text{max}}$ est la valeur de la contrainte maximale au premier cycle. La figure 4.19 présente des courbes représentatives de l'évolution de la rigidité en fonction du nombre de cycles pour un niveau de chargement r_d =0.65 et pour les deux matériaux composites non-hybrides lin-époxyde et carbone-époxyde avec une échelle linéaire et une échelle semi-logarithmique. Pour chaque composite, la perte de rigidité se déroule en deux phases :

• Dans la première phase, le rapport $\sigma_{max}/\sigma_{0max}$ diminue rapidement dès les premiers cycles pour les composites en fibres de lin alors que cette diminution est moins prononcée pour les composites en fibres de carbone. Cette diminution est associée à l'apparition et la multiplication de la fissuration transverse dans la matrice.

• Dans la deuxième phase, on note une réduction progressive de la rigidité. Cette phase présente la propagation stable des différents mécanismes d'endommagement jusqu'à l'arrêt de l'essai.

A la fin de ces essais, la diminution est d'environ 4% pour le composite en fibres de carbone et d'environ 25% pour le composite en fibres de lin. Ce résultat montre que les matériaux composites en fibres de lin se dégradent plus rapidement que les matériaux composites en fibres de carbone.



Figure 4.19 – Evolution de la rigidité en fonction du nombre de cycles pour un niveau de chargement $r_d = 0.65$ des composites non hybrides (: (a) échelle linéaire et (b) échelle semilogarithmique.

La figure 4.20 compare la perte de rigidité des différents matériaux composites et pour les différents niveaux de chargement en utilisant une échelle semi-logarithmique. On peut alors noter que la perte de rigidité des composites non-hybrides et hybrides lin/carbone évolue en deux phases comme il a été décrit précédemment. De plus, on remarque que la dégradation de la rigidité des composites augmente avec l'augmentation du niveau de chargement.



Figure 4.20 – Evolution de la rigidité ($\sigma_{max}/\sigma_{0max}$) en fonction du nombre de cycles à différents niveaux de chargement r_d pour les différents composites.

Afin de comparer les résultats obtenus dans les différents matériaux composites étudiés, la figure 4.21 compare la dégradation de la rigidité en fonction du nombre de cycles des différents matériaux pour le niveau de chargement $r_d = 0.65$. Les résultats obtenus montrent que le stratifié

non hybride en fibres de lin présente la dégradation la plus importante, alors que pour le stratifié en fibres de carbone, la dégradation est très faible. Pour les matériaux hybrides, on note que lorsque la fraction volumique des fibres de carbone augmente la perte de rigidité diminue. Par exemple, le stratifié $[L_4/C_2]_s$ atteint une réduction de 17% par rapport à sa rigidité initiale, alors que le stratifié $[L_2/C_4]_s$ ne perd que 8%.

Pour les deux couples de matériaux hybrides : le couple $([L_4/C_2]_s \text{ et } [C_2/L_4]_s)$ et le couple $([L_2/C_4]_s \text{ et } [C_4/L_2]_s)$, la perte de rigidité est plus élevée lorsque les couches de lin sont situées à l'extérieur. A titre d'exemple, le stratifié $[L_4/C_2]_s$, avec des couches de lin externe, perd une quantité d'environ 17% de sa rigidité, alors que le stratifié $[C_2/L_4]_s$, avec des couches de lin interne, ne perd que 6% de sa rigidité.

On constate également que les matériaux hybrides avec des couches extérieures en fibres de carbone se dégradent moins et leur dégradation est très proche du celle du matériau en fibre de carbone. Ces résultats sont la conséquence de la rigidité élevée des fibres de carbone en traction.



Figure 4.21 – Evolution de la rigidité en fonction du nombre de cycles pour un niveau de chargement $r_d = 0.65$ pour des différents composites.

4.4.2 Cycles d'hystérésis

Au cours des essais expérimentaux de fatigue, 200 points ont été enregistrés pour chaque cycle. Par la suite, les cycles d'hystérésis sont obtenus à partir des données expérimentales de

la contrainte et du déplacement. L'évolution des boucles d'hystérésis est représentée sur la figure 4.22 pour quelques nombres de cycles de fatigue $(1, 10, 10^2, 10^3, 5.10^3 \text{ et } 10^4)$.



Figure 4.22 – Cycles d'hystérésis des différents matériaux composites pour un niveau de chargement r_d =0.65.

Pour mieux visualiser ces figures, les cycles d'hystérésis ont été décalés le long de l'axe de déplacement. Tous les cycles d'hystérésis ont une forme quasi-elliptique. Les contraintes

maximales et minimales de chaque cycle sont représentées par les pics supérieurs et inférieurs des cycles, respectivement. Pour les différents matériaux composites, on peut voir que l'aire à l'intérieur des boucles d'hystérésis, les contraintes maximales et minimales diminuent avec l'augmentation du nombre de cycles. Cette diminution est expliquée par la dégradation du matériau, générée par le développement des endommagements dans les éprouvettes au cours de l'essai de fatigue.

L'aire des boucles d'hystérésis du matériau composite en fibres de carbone est très faible en la comparant avec celle du matériau composite en fibres de lin. Pour un nombre de cycles donné, l'aire intérieure des cycles d'hystérésis diminue avec l'augmentation du taux de fibres de carbone. De plus, pour les deux couples des matériaux hybrides : le couple ($[L_4/C_2]_s$ et $[C_2/L_4]_s$) et le couple ($[L_2/C_4]_s$ et $[C_4/L_2]_s$), on observe clairement que l'aire intérieure des cycles d'hystérésis diminue en fonction de la position des couches de carbone. En effet, lorsque les couches de carbone sont situées à l'extérieur, l'aire des cycles d'hystérésis est plus faible.

4.4.3 Energies et amortissement en fatigue

Pour les différents matériaux composites testés, les caractéristiques énergétiques des cycles imposés ont été étudiées au cours de la fatigue au moyen d'une analyse de l'évolution des cycles d'hystérésis. Au cours du cyclage, la surface intérieure engendrée par ces cycles d'hystérésis représente l'énergie dissipée E_d , tandis que la surface sous la partie supérieure (courbe de chargement) du cycle d'hystérésis représente l'énergie potentielle E_p maximale. Par la suite, les différentes formes des énergies potentielle et dissipé peuvent être calculées en utilisant la méthode de sommation des trapèzes décrite dans le paragraphe 4.3.3.

Dans le but d'étudier l'effet de l'hybridation et la séquence d'empilement sur l'énergie dissipée, une comparaison a été effectuée pour l'ensemble des composites étudiés. La figure 4.23 présente l'évolution de l'énergie dissipée en fonction du nombre de cycles pour les différents composites pour un niveau de chargement $r_d = 0.65$ et en utilisant une échelle linéaire. Les résultats montrent que l'énergie dissipée diminue avec l'augmentation du nombre de cycles. Elle diminue d'une manière très rapide dans les premiers cycles et puis elle devient pratiquement constante. Au début du cyclage, la déformation et le redressement des fibres se font de manière réversible, ensuite le stratifié commence à s'endommager. Au bout de quelques centaines de cycles, l'énergie dissipée dans le composite en fibres de lin est plus importante que celle

du composite en fibres de carbone. On constate également que l'hybridation avec des couches en fibres de lin d'un composite augmente sa capacité à dissiper de l'énergie. En particulier, l'énergie dissipée est plus élevée dans les composites avec des couches externes de lin qu'avec des couches externes de carbone.



Figure 4.23 – Comparaison des énergies dissipées en fonction du nombre de cycles au niveau de chargement $r_d = 0.65$ pour les différentes éprouvettes étudiées.

Les facteurs d'amortissement dans les composites non-hybrides et hybrides lin/carbone au cours des essais de fatigue en flexion ont été également évaluée et analysée. L'évolution du facteur d'amortissement en fonction du nombre de cycles est présentée sur la figure 4.24. L'analyse des résultats montre une diminution de l'amortissement durant les premiers cycles pour devenir pratiquement constant après quelques centaines de cycles. Cette diminution initiale de l'amortissement au cours des premiers cycles peut être attribuée à l'apparition des premiers mécanismes d'endommagement irréversibles, tels que la fissuration transverse de la matrice. De plus, l'amortissement devient plus important avec l'augmentation du niveau de chargement. En effet, plus la valeur de r_d est élevée plus le facteur de perte est important pour l'ensemble des composites.

Afin d'évaluer l'effet de l'hybridation et de la séquence d'empilement sur l'amortissement, une comparaison des résultats obtenus de l'amortissement a été effectuée. La figure 4.25 montre l'évolution du facteur de perte des matériaux de l'étude en fonction du nombre de cycles pour un niveau de chargement $r_d = 0.65$. Ce résultat montre que le composite lin-époxyde présente le facteur d'amortissement le plus élevé alors que celui du composite carbone-époxyde est le plus faible.



Figure 4.24 – Evolution du facteur de perte en fonction du nombre de cycles pour différents niveaux de chargement (r_d) et pour les différents composites.

Ce comportement peut être attribué au comportement viscoélastique intrinsèque des fibres de lin, le redressement des fibres sollicitées en traction ou la rupture des parois cellulaires dans les fibres de lin. D'autre part, on remarque que l'amortissement augmente avec l'augmentation du taux de fibre de lin et du nombre de cycles. En particulier, les matériaux composites avec des couches extérieures en fibres de lin présentent l'amortissement le plus important. Cette augmentation de l'amortissement est attribuée au niveau élevé de dissipation d'énergie dans les couches de fibres de lin. Ainsi, sous l'effet accentué du comportement des fibres naturelles, une quantité de l'énergie se trouve dissipée par ces fibres, pouvant ainsi expliquer l'augmentation de l'amortissement dissipée par les couches extérieures sollicitées en traction et compression.



Figure 4.25 – Comparaison des facteurs d'amortissement en fonction du nombre de cycles pour un niveau de chargement $r_d = 0.65$ pour les différents composites.

4.4.4 Durée de vie

Afin de prévoir la durée de vie en fatigue, il est nécessaire non seulement de déterminer le développement des mécanismes d'endommagement, mais également de quantifier les taux de croissance des mécanismes. Pour déterminer les performances des matériaux composites en fatigue, différents critères d'évaluation de l'endommagement N_3 , N_5 , N_{10} et N_R sont considérés dans la littérature à partir des courbes donnant l'évolution de la charge en fonction du nombre de cycles comme il a été mentionné dans le paragraphe 4.3.4. Généralement, la rupture totale

n'est pas toujours atteinte pour les essais de fatigue en flexion à déplacement imposé. Ainsi, il est nécessaire de définir un nombre de cycles pour décrire la durée de vie en fatigue des matériaux composites. Nous avons choisi pour notre étude le critère N_5 qui correspond à une réduction de la rigidité de 5% par rapport à sa valeur initiale. Le tableau 4.3 présente les valeurs du nombre de cycles N_5 des différents composites étudiés pour les différents niveaux de chargement imposés, c'est-à-dire le nombre de cycles nécessaires pour atteindre le critère (N_5) défini précédemment.

Matériaux composites	Critère N ₅					
	$r_d = 0,6$	$r_d = 0,65$	$r_d = 0,7$	$r_d = 0,75$		
[L ₆] _s	15	9	7	-		
$[L_4/C_2]_s$	26	18	11	-		
$[L_2/C_4]_s$	-	1330	860	300		
$[C_2/L_4]_s$	-	7000	1680	550		
$[C_4/L_2]_s$	-	2600	1000	633		
[C ₆] _s	-	9000	5000	760		

Tableau 4.3 – Valeur moyenne du nombre de cycles N5 des différents composites.

4.5 Analyse par émission acoustique

4.5.1 Distribution de l'amplitude en fonction du nombre de cycles

Lors des essais de fatigue, la technique d'émission acoustique a été exploitée pour identifier les mécanismes d'endommagement des différents composites hybrides et non hybrides. Le dispositif utilisé est présenté sur la figure 3.11. Les éprouvettes ont été instrumentées par deux capteurs piézoélectriques ayant une bande passante de 100 kHz à 1 MHz, fournis par la société Mistras. Ceux-ci ont été positionnés et plaqués sur l'éprouvette au moyen de pinces de maintien. Les évènements acoustiques ont été enregistrés pendant l'essai avec une fréquence d'acquisition de 5 MHz. L'analyse par émission acoustique a été effectuée dans le cas d'un essai de fatigue avec un niveau de chargement de 75%. On obtient une faible activité acoustique dans la première période, correspondant à la partie statique permettant d'attendre la charge moyenne. Par la suite, nous avons reporté dans la figure 4.26 l'activité des signaux acoustique (EA) en fonction du nombre de cycles des différents composites. On observe dans la première phase une activité acoustique élevée dans une durée courte où l'amplitude atteint parfois les 100 dB, correspondant au début de la période cyclique. Ensuite une deuxième phase où l'amplitude des signaux d'EA dépasse quelques fois les 80 dB. Enfin, la troisième phase où l'activité acoustique s'accélère et l'amplitude atteint parfois les 100 dB. Suite à la classification décrite précédemment (section 3.2.3), 4 classes d'évènements acoustiques ont été identifiées dans l'ensemble des matériaux étudiés.



Figure 4.26 – Distribution de l'amplitude des signaux d'EA en fonction du nombre de cycles des différents composites.

Ces classes d'EA ont été associées à 4 mécanismes d'endommagement pour les différents composites : la fissuration matricielle (classe A) avec des amplitudes allant de 40 à 45 dB, la décohésion fibre-matrice (classe B) avec des amplitudes allant de 42 à 50 dB, délaminage (classe C) avec des amplitudes allant de 45 à 58 dB et le déchaussement et la rupture des fibres (classe D) avec des amplitudes de 53 à 100 dB. Durant ces essais de fatigue cyclique, la distribution de l'amplitude des événements acoustiques collectés en fonction du temps montre que l'activité acoustique se déroule en trois phases :

- Phase I: Cette phase correspond aux premiers cycles de fatigue. Dans cette phase, nous observons la présence des quatre mécanismes d'endommagement pour toutes les éprouvettes testées. Le mécanisme d'endommagement le plus important correspond à l'initiation et à la propagation de la microfissuration. Les amplitudes des événements d'EA dans cette phase sont comprises entre 40 dB et 100 dB.
- Phase II: il s'agit d'une phase intermédiaire au cours de laquelle l'activité d'EA devient faible. Cette phase implique la propagation des endommagements microscopiques et en particulier la fissuration de la matrice, la décohésion fibre-matrice et le délaminage entre les plis.
- Phase III: Phase finale avec un nombre d'événements acoustiques élevés suivis de la rupture finale de l'éprouvette, l'événement le plus dominant étant la rupture des fibres.

On remarque que les amplitudes de la classe D des composites en fibres de carbone atteignent des valeurs de 100 dB, ce qui n'est pas le cas des composites en fibres de lin où les amplitudes n'atteignent que des valeurs de 80 dB. Ce résultat est dû à la forte rigidité et la rupture de type fragile des fibres de carbone par rapport aux fibres de lin. Dans le cas des composites hybrides, les amplitudes de la classe D atteignent des valeurs de 100 dB traduisant la rupture des fibres de carbone. On constate aussi que les intervalles d'amplitudes d'EA des mécanismes d'endommagement identifiés pour les différents composites sont différents. En effet, les amplitudes pour le stratifié en fibres de carbone sont les plus élevées suivies par celles des stratifiés en fibres hybrides et enfin, celles des stratifiés en fibres de lin.

4.5.2 Evolution des différents mécanismes d'endommagement

La figure 4.27 présente le nombre cumulé des événements d'EA associés aux différents mécanismes d'endommagement en fonction du nombre de cycles pour les différents composites. Ces résultats montrent que la fissuration matricielle (classe A) est le mécanisme d'endommagement le plus actif dans tous les composites. Il est suivi par la décohésion

interfaciale fibre/matrice (classe B) à une activité moins importante. Les événements d'EA dus au délaminage (classe C) apparaissent dès le début de l'essai et sont moins nombreux que ceux des classes A et B. Enfin, le déchaussement et la rupture des fibres (classe D) apparaissent dès le début de la 2ème phase et ce jusqu'à la rupture des matériaux.



Figure 4.27 – Evolution des différents mécanismes en fonction du nombre de cycles des différents composites.

Bien que le niveau de charge appliqué soit le même pour tous les matériaux étudiés, nous constatons que le composite stratifié en fibres de lin possède une durée de vie beaucoup plus importante que les autres composites. Ce résultat est expliqué par le redressement des microfibrilles dans les fibres de lin qui augmente leur durée de vie. Cependant, le nombre d'événements acoustiques dans les stratifiés en fibre de carbone est très inférieur à ceux des autres composites pour une durée de vie plus courte. Les composites en fibres hybrides se caractérisent par un nombre d'événements cumulé est plus important que celui du composite en fibres de lin.

4.6 Conclusion

Ce chapitre présente les résultats des études expérimentales réalisées sur des composites stratifiés non-hybrides et hybrides lin/carbone soumis au chargement de fatigue en traction et en flexion trois points. Dans un premier temps, le comportement en fatigue cyclique des éprouvettes composites sollicitées en traction a été étudié. Les différents stratifiés ont été testés en fatigue cyclique à différents niveaux de chargement. Pour chaque stratifié, la rigidité dépend du niveau de la charge appliquée. L'énergie dissipée par cycle augmente avec le niveau de la charge appliquée. De plus, l'énergie augmente vers la fin de la durée de vie en raison de l'augmentation des mécanismes d'endommagement entrainant la rupture finale du composite. Une comparaison a été effectuée entre les différents composites étudiés jusqu'à 10^3 cycles. L'évolution du facteur de perte en fonction du nombre de cycles de fatigue a été également étudiée. Le résultat obtenu révèle des propriétés d'amortissement intéressantes pour le stratifié en fibres de lin et les stratifiés hybrides lin/carbone que le stratifié en fibre de carbone. Il a été également démontré que les propriétés en fatigue s'améliorent avec l'augmentation du contenu en fibres de carbone. En effet, les composites ayant une résistance statique supérieure présentent une meilleure résistance à la fatigue. On peut en conclure que les matériaux hybrides conviendraient à certaines applications semi-structurelles utilisant actuellement des structures composites en fibre de carbone et soumises à des sollicitations en fatigue. D'autre part, les mécanismes d'endommagement et de rupture ont été analysés. En fait, les essais réalisés ont été accompagnés par des mesures supplémentaires faisant appel à des méthodes non destructives telles que la technique d'émission acoustique. Ces essais nous ont aidés à déterminer plus précisément la corrélation entre l'évolution des mécanismes d'endommagement et l'évolution des caractéristiques dynamiques à savoir la rigidité, l'énergie dissipée et l'amortissement. Les résultats de la durée de vie révèlent que le matériau composite en fibres

de carbone présente une meilleure résistance au chargement en fatigue cyclique que le matériau composite en fibres de lin.

Dans un second temps, le comportement en fatigue cyclique des composites stratifiés en fibres de lin, en fibres de carbone et fibres hybrides lin/carbone sollicitées en flexion 3-points a été étudié. Les essais de fatigue ont été réalisés sous contrôle en déplacement sur des éprouvettes avec un déplacement moyen égal à 50% du déplacement ultime en statique. Les éprouvettes ont été soumises à différents niveaux de chargement jusqu'à 10⁴ cycles. L'évolution des propriétés mécaniques des matériaux a été analysée au moyen la contrainte maximale, des cycles d'hystérésis, du coefficient d'amortissement et de la durée de vie. Une comparaison des propriétés en fatigue des composites a été réalisée. Les courbes de dégradation de la rigidité montrent que les composites en fibres de carbone ont une résistance supérieure à celle des composites de lin. Les cycles d'hystérésis, l'évolution de l'énergie dissipée et du facteur de perte ont été mesurés et discutés. Les résultats obtenus montrent que les composites en fibres de terms montrent que les composites en fibres de carbone. Il a été constaté aussi que l'amortissement augmente avec l'augmentation de la teneur en fibres de lin et surtout lorsque les fibres de lin sont placées à l'extérieur du composite.

Chapitre 5.

Comportement vibratoire des composites non-hybrides et hybrides lin/carbone

Résumé

Ce chapitre présente une étude expérimentale et par éléments finis du comportement vibratoire des composites stratifiés non-hybrides et hybrides lin/carbone élaborés au deuxième chapitre. Dans la première partie, une analyse expérimentale des propriétés en vibration des différents stratifiés a été réalisée. Tout d'abord, des essais de vibrations libres en flexion ont été effectués sur des éprouvettes non-hybrides en fibres de lin et de carbone. Une attention est portée à l'analyse de l'évolution des propriétés mécaniques et des coefficients d'amortissement modaux des matériaux de l'étude ainsi que leur évolution en fonction de la fréquence. L'influence de la nature du renforcement et de l'orientation des fibres sur les propriétés des matériaux composites est discutée. Par la suite, le comportement vibratoire des stratifiés à renfort hybrides est étudié suivant la même approche. Par ailleurs, l'influence de l'hybridation, de la séquence d'empilement et de l'orientation des fibres est discutée. Dans la deuxième partie, une analyse par éléments finis du comportement vibratoire des différents matériaux a été développée. Elle est basée sur le calcul des différentes énergies de déformation emmagasinées dans chaque élément fini et permet d'évaluer les coefficients d'amortissement associés aux modes de vibrations des matériaux. Les résultats obtenus par cette analyse sont alors comparés à ceux obtenus expérimentalement.

5.1 Introduction

La connaissance des caractéristiques mécaniques statiques et de fatigue n'est pas suffisante pour le développement des composites dans les applications de haute performance. Ce développement nécessite des informations supplémentaires de leurs propriétés dynamiques, notamment l'amortissement. Pour les structures composites, l'amortissement, qui correspond à la dissipation d'énergie dans les structures, constitue un élément important du comportement dynamique. Par ailleurs, un amortissement suffisant est indispensable pour réduire les vibrations des structures. Selon El Mahi *et al.* (2008), cette dissipation d'énergie dépend essentiellement de la constitution du matériau, notamment du comportement viscoélastique de la matrice et de la fibre, de l'orientation des couches et de la séquence d'empilement, etc.

Le but de ce chapitre est d'évaluer l'effet de la séquence d'empilement, de l'hybridation et de l'orientation des fibres sur les propriétés dynamiques des composites à fibres hybrides lin/carbone. Les différents stratifiés considérés sont tous unidirectionnels et constitués de fibres de lin, fibres de carbone et hybrides lin/carbone. Les essais expérimentaux de vibrations libres en flexion ont été réalisés pour déterminer les propriétés dynamiques des différents composites. Les propriétés mécaniques et d'amortissements ont été d'abord mesurés dans le cas des stratifiés non-hybrides. Ensuite, l'analyse a été appliquée aux stratifiés hybrides lin/carbone dans le but d'évaluer l'effet de l'hybridation sur le comportement vibratoire. Enfin, une analyse par éléments finis basée sur la méthode de l'énergie de déformation modale a été utilisée pour évaluer le facteur d'amortissement. Les coefficients d'amortissement mesurés et ceux obtenus par l'analyse par éléments finis dans les différents composites seront ainsi comparés.

5.2 Etude expérimentale du comportement vibratoire

5.2.1 Méthode d'analyse modale expérimentale

L'analyse modale expérimentale des poutres soumises à une excitation s'effectue en mesurant la réponse de l'extrémité libre dans le cas d'une configuration encastrée/libre. Les fréquences propres de poutres composites en flexion peuvent être déterminées à partir de l'étude de leur comportement en vibrations forcées ou en vibrations libres. Pour l'étude du comportement en vibrations forcées, on peut soit imposer le nombre fixe de fréquence soit en balayant une plage de fréquences à l'aide d'un pot vibrant sur lequel la poutre est fixée. Pour l'étude du comportement en vibrations libres, on peut imposer une excitation ponctuelle de type
impact, à l'aide d'un marteau d'impact. Par la suite, la mesure de la réponse de la structure peut être effectuée localement, à l'aide d'un vibromètre laser mono point ou à l'aide d'un accéléromètre. Il est possible aussi d'obtenir des mesures du champ en mesurant les réponses de la structure d'une multitude de points, ou encore en utilisant une méthode optique permettant d'avoir les déplacements de la structure en une vision d'ensemble.

Ensuite, les propriétés modales d'une éprouvette peuvent être déterminées en utilisant la réponse temporelle, ou bien la fonction de réponse en fréquence (FRF) obtenue. La FRF présente la réponse mesurée (déplacement, vitesse ou encore accélération) en fonction de la fréquence. Différentes représentations d'une FRF sont existantes, les plus courantes étant les diagrammes de Bode ou celles de Nyquist. La première présente l'évolution du module ou de l'amplitude en fonction de la fréquence, ainsi que la phase en fonction de la fréquence. La deuxième présente l'évolution de la partie imaginaire du signal complexe en fonction de sa partie réelle. Dans un diagramme de Bode, les modes de résonance correspondent aux pics observables ainsi qu'à une phase égale à $\pi/2$. Par la suite, à partir de ces représentations de la FRF obtenue, il existe différentes méthodes pour mesurer les propriétés modales.

5.2.1.1 Mesure de l'amortissement par la méthode de « Circle Fitting »

La méthode d'ajustement du cercle modal dite de « Circle Fitting » (De Silva, 2006) consiste à projeter la FRF dans le plan complexe de Nyquist. Chaque mode de résonance est alors considéré séparément. Cette méthode est utilisée pour trouver le pic de résonance le plus proche en obtenant les caractéristiques du cercle qui interpole au mieux la FRF expérimentale. Ce cercle modal est illustré sur la figure 5.1. Généralement, cette interpolation peut être optimisée au moyen de divers algorithmes, en utilisant par exemple l'ajustement par la méthode des moindres carrés.



Figure 5.1 – Illustration du cercle d'interpolation pour la méthode du « Circle-Fitting ».

Ainsi, les caractéristiques du cercle permettent d'obtenir une estimation exacte de la pulsation propre \mathcal{O}_i du mode considéré. Ensuite, le facteur de perte η_i sera calculé par la formule suivante :

$$\eta_i = \frac{\omega_a^2 - \omega_b^2}{\omega_i \left(\omega_a \tan \frac{\theta_a}{2} + \omega_b \tan \frac{\theta_b}{2}\right)}$$
(5.1)

5.2.1.2 Mesure de l'amortissement par la méthode de la bande passante à -3 dB

La méthode couramment utilisée pour mesurer les propriétés modales à partir de la FRF est celle de la bande passante à -3 dB « Half Power Bandwidth method » (De Silva, 2006). Elle est employée pour sa simplicité d'utilisation. La figure 5.2 donne un exemple de la transformée de Fourier de la réponse à une excitation impulsionnelle. Cette réponse fait apparaître les pics de résonance correspondant aux fréquences propres de vibrations associées à des modes de flexion ou de torsion. La méthode de la bande passante est illustrée sur la figure 5.3. Elle consiste alors à analyser chaque pic de résonance de la FRF séparément dans une représentation de l'amplitude en fonction de la fréquence.

La fréquence modale f_i du mode *i* correspond à la fréquence de résonance pour laquelle la valeur de l'amplitude de la réponse est maximale. Par la suite, le facteur de perte η_i (ou le coefficient d'amortissement modal ξ_i) associé à ce mode *i* peut être calculé par l'équation suivante :

$$\eta_i = 2\zeta_i = \frac{\Delta f_i}{f_i} = \frac{f_2 - f_1}{f_i}$$
(5.2)

Avec Δf_i représente la largeur de la bande passante définie à -3 dB par rapport à la valeur de l'amplitude maximale. Pour plus de précision, une fonction d'interpolation est utilisée pour chaque pic afin de mesurer précisément Δf_i . La valeur de cette bande de fréquence est obtenue par la différence de deux fréquences f_1 et f_2 qui résulte de l'intersection du pic avec la droite à - 3 dB.



Figure 5.2 – Exemple de fonction de réponse en fréquence.



Figure 5.3 – Illustration de la méthode de la bande passante à -3dB.

5.2.1.3 Calcul du module de flexion

La mesure des fréquences propres à partir des essais de vibration en flexion conduit à l'estimation du module de flexion E_{fx} de poutres selon l'équation suivante (ASTM E 756–98):

$$E_{fx} = \frac{12\rho l^4 f_i^2}{h^2 \Gamma_i^2}$$
(5.3)

Avec E_{fx} (GPa) : module de flexion de la poutre, ρ (kg/m³) : densité du composite, l (m) : longueur de la poutre, f_i (Hz) : fréquence de résonance du mode i, h (m) : l'épaisseur du composite et Γ_i : constante donnée en fonction des conditions aux limites pour le mode de flexion i. Dans le cas d'une éprouvette encastré/libre ; $\Gamma_1 = 0.55959$, $\Gamma_2 = 3.5069$, $\Gamma_3 = 9.8194$, et $\Gamma_i = (\pi/2)(i-0.5)^2$, pour i > 3.

5.2.2 Protocole expérimental

Plusieurs plaques de stratifiés non-hybrides et hybrides lin/carbone (Figure 2.8) ont été préparées selon la méthode de mise en œuvre décrite au chapitre 2. Ensuite, des éprouvettes d'essais ont été découpées de ces plaques. La longueur et la largeur des éprouvettes étudiées sont respectivement 300mm et 25 mm et l'épaisseur dépend du matériau considéré (Tableau 2.4). Quatre types de stratifiés hybrides avec différentes séquences d'empilement ont été élaborés. Ils permettent d'étudier l'influence et leur contribution à l'amortissement des différentes fibres. La fraction volumique et la densité de chaque stratifié sont présentées dans les tableaux 2.5 et 2.6.

L'étude expérimentale du comportement vibratoire des composites stratifiés hybrides et nonhybrides lin/carbone a été développée. Des essais de vibrations libres en flexion ont été effectués sur des poutres composites avec diverses séquences d'empilement.

Tout d'abord, les composites unidirectionnels non hybrides en fibres de lin et en fibres de carbone ont été testés en faisant varier l'orientation des fibres de 0° à 90° avec un pas de 15°. Ces essais permettent de mettre en évidence l'influence de l'orientation des fibres sur l'amortissement des composites. Ensuite, les quatre stratifiés hybrides ($[L_2/C]_s$, $[C/L_2]_s$, $[L/C_2]_s$ et $[C_2/L]_s$) ont été analysés dans le but d'étudier l'influence de l'hybridation et de la séquence d'empilement sur les propriétés mécaniques et d'amortissement des composites. Différentes orientations de fibres dans ces stratifiés ont été aussi considérées afin d'évaluer l'effet de l'orientation.

La figure 5.4 montre le dispositif expérimental utilisé pour étudier les vibrations des poutres en configuration encastrée/libre. Les poutres sont encastrées en une extrémité et libre à l'autre extrémité (Figure 5.5). Conformément à la norme ASTM E 756–98, la longueur de la partie encastrée a été réglée à 50 mm de la poutre dans un support rigide. L'analyse modale a été réalisée sur les poutres avec excitation par impact. La poutre est excitée, à l'aide d'un marteau d'impact (PCB 070A02), en un point proche de l'encastrement permettant d'exciter une bande plus importante de fréquence de résonance. La mesure de la vitesse de déplacement est effectuée en un autre point de l'extrémité libre à l'aide d'un vibromètre laser Polytec. Ce vibromètre est constitué d'une tête optique OFV 303 associée à un contrôleur OFV 3001. Ces essais expérimentaux ont été réalisés à humidité et à température ambiantes (non contrôlées).



Figure 5.4 – Dispositif expérimental dans le cas d'une excitation par impact.



Figure 5.5 – Eprouvette en configuration encastrée/libre.

Un analyseur dynamique de signaux développé par LabVIEW numérise et traite les signaux d'excitation de la poutre et de sortie du vibromètre laser. Cet analyseur est constitué d'une carte d'acquisition et de traitement associée à un logiciel de contrôle et traitement des signaux. Ce système effectue l'acquisition des signaux, contrôle les conditions d'acquisition (sensibilité, bande passante, conditions de déclenchement, etc) et effectue l'analyse des signaux (transformée de Fourier, réponse en fréquence, etc). Les signaux et les traitements associés sont ensuite sauvegardés pour des post-traitements.

Pour les différents matériaux testés, chaque essai de vibration a été répété au moins cinq fois et les meilleures acquisitions ont été retenues pour tracer la FRF finale. De plus, pour prendre

en compte les sources de variabilité (matériaux, élaboration, mesures, etc), trois éprouvettes ont été testées pour chaque composite. Cette analyse a été réalisée afin de mesurer pour chaque mode de flexion la fréquence de résonance, le module de flexion et l'amortissement modal. En effet, ces propriétés modales ont été déterminées à l'aide de la méthode de la bande passante représentée dans le paragraphe 5.2.1.2. Cette méthode d'analyse de la transformée de Fourier de la FRF est réalisée à l'aide d'une routine développée sous MATLAB. Dans un premier temps, les fréquences de résonance ont été déterminées. Par la suite, les modules de flexion et les facteurs d'amortissement ont été déduits.

5.2.3 Caractérisation du comportement vibratoire des composites non-hybrides linépoxyde et carbone-époxyde

Cette section présente la caractérisation du comportement vibratoire des poutres composites en fibres de lin et en fibres de carbone. Des essais expérimentaux de vibration libre ont été effectués sur des poutres avec des fibres unidirectionnelles orientées à 0°, 15°, 30°, 45°, 60°, 75° et 90° pour trois longueurs différentes : L = 150, 200 et 250 mm afin de balayer plusieurs de fréquences. Chaque poutre testée a une largeur nominale de 25 mm et une épaisseur nominale de 3.1 mm pour les composites en fibres de lin et 2.05 mm pour les composites en fibres de carbone. Pour chaque essai, les mesures sont prélevées du deuxième au cinquième mode de flexion. Le premier mode n'a pas été retenu vu les difficultés des mesures d'amortissement pour ce mode, pouvant être attribuées à l'imperfection et au frottement à l'extrémité serrée de l'éprouvette.

5.2.3.1 Réponses dynamiques des composites en fibres de lin et de carbone

Les fonctions de réponses en fréquence (FRF) qui présentent l'amplitude de la vitesse de déplacement en fonction de la fréquence ont été déterminées pour tous les stratifiés étudiés sur une plage de fréquences allant jusqu'à 2.5 kHz. Les figure 5.6 et figure 5.7 montrent des exemples de FRF dans le cas des éprouvettes en fibres de lin et de carbone, respectivement. Les résultats présentés sur ces figures, correspondent à des poutres de longueur L = 250 mm. Dans la plage des fréquences présentées [0-1kHz], les pics de résonance correspondent aux modes de vibration en flexion. Pour un mode de vibration donné (par exemple le mode 2), les valeurs de l'amplitude et de la fréquence sont plus élevées dans le cas du composite avec des fibres orientées à 0°. Les fréquences de résonance des composites avec des fibres orientées à 45° et

90° sont très proches. En effet, la fréquence dépend de la rigidité du matériau et est plus élevée lorsque le matériau est plus rigide.



Figure 5.6 – Comparaison des réponses dynamiques des composites en fibres de lin avec différentes orientations de fibres (0°, 45° et 90°).



Figure 5.7 – Comparaison des réponses dynamiques des composites en fibres de carbone avec différentes orientations de fibres (0°, 45° et 90°).

La figure 5.8 présente une comparaison des RFR des deux composites à fibres de carbone $[C_3]_s$ et à fibres de lin et $[L_3]_s$ pour une orientation $\theta=0^\circ$ dans une plage de fréquences de [0-2kHz]. Il est à noter là aussi, que le composite avec des fibres de carbone présente une amplitude

et une fréquence globalement supérieures aux valeurs obtenues dans le composite à fibres de lin.



Figure 5.8 – Comparaison des réponses dynamiques des composites en fibres de lin et en fibres de carbone pour des poutres de longueur 250mm.

Ensuite, les données de ces pics ont été post-traitées afin de déterminer les fréquences propres et les facteurs de perte des différents composites. La figure 5.9 présente l'évolution de la fréquence en fonction de l'orientation des fibres pour quatre modes de vibration (2 à 5) des composites lin-époxyde[L₃]_s et carbone-époxyde [C₃]_s pour une longueur d'éprouvettes de 250 mm. Pour un mode de vibration donné, la fréquence diminue avec l'orientation des fibres. En effet, la fréquence propre est proportionnelle à la rigidité du matériau qui est plus élevée lorsque les fibres sont orientées à θ =0°. Cette diminution est beaucoup plus importance dans le cas des modes d'ordre élevés (mode 5).



Figure 5.9 – Variation de la fréquence en fonction de l'orientation des fibres pour des éprouvettes de longueur 250mm des deux composites non hybrides.

A titre d'exemple, il a été constaté, dans le cas du composite en fibres de lin, une diminution de la fréquence de 100 Hz du deuxième mode pour une orientation variante de 0° à 90°, alors que cette diminution est de l'ordre de 1000 Hz pour le cinquième mode. En outre, on observe que les fréquences du composite à fibres de carbone sont supérieures à celles du composite en fibres de lin pour des faibles orientations (0°, 15° et 30°). Les valeurs des fréquences des deux composites sont du même ordre de grandeur pour des orientations de fibres allant de 30 à 90°. En effet, en vibration en flexion, les faces des composites sont sollicitées en traction et en compression et donc la rigidité du matériau en traction/compression dépend de l'orientation des fibres. Elle est beaucoup plus élevée lorsque les fibres sont orientées à 0° et surtout lorsqu'il s'agit des fibres de carbone.

5.2.3.2 Module de flexion des composites de lin et de carbone

Les propriétés mécaniques des composites sont déterminées à partir des essais de vibration en flexion. Ainsi, les modules de flexion sont déterminés en fonction de la fréquence de résonance, des paramètres physiques et des conditions aux limites en utilisant l'équation 5.3 estimant le module de flexion E_{fx} des poutres. La figure 5.10 présente l'évolution des modules de flexion en fonction de la fréquence des composites en fibres de lin et de carbone, pour les différentes orientations des fibres (0° à 90°). Pour toutes les orientations, l'évolution des modules de flexion apparaît généralement constante. Par conséquent, ces composites montrent un comportement relativement indépendant de la fréquence. En plus, les valeurs obtenues des modules de flexion correspondent à celles mesurées lors des essais de traction quasi-statique. A titre d'exemple, pour le composite constitué de fibres de lin orientées à 0°, le module obtenu d'environ 17 GPa est proche de sa valeur mesurée en statique (17.4 GPa, Tableau 3.1). Pour les deux composites, il a été remarqué que le module de flexion est faible et de valeurs proches pour les orientations des fibres de 45° à 90°. Cette variation met en évidence le comportement viscoélastique des composites qui est très proche de celui de la résine pure. En effet, les composites avec des fibres orientées de 45° à 90° sont peu sollicitées du fait des déformations en flexion. On note alors que le comportement viscoélastique de la matrice est prépondérant dans ce cas.



Figure 5.10 – Evolution des modules de flexion en fonction de la fréquence pour les différentes orientations de fibres pour les composites : a) Lin $[L_3]_s$ et b) carbone $[C_3]_s$.

Une comparaison entre les variations des modules de flexion des composites lin-époxyde et carbone-époxyde est présentée dans la figure 5.11. Cette comparaison a été effectuée pour des éprouvettes avec différentes orientations de fibres et pour une fréquence de 1000 Hz. Tout d'abord, on constate que le module de flexion diminue lorsque l'orientation des fibres augmente pour les deux matériaux $[L_3]_s$ et $[C_3]_s$. Ce résultat met en évidence que le module de flexion dépend fortement de la fréquence de résonance et de l'orientation des fibres. De plus, ces résultats montrent des valeurs très élevées du module des composites en fibres de carbone que celles des composites en fibres de lin dans les cas de faibles orientations des fibres (0 et 15°). Les modules des deux composites sont du même ordre de grandeur pour des orientations de 75 et 90°.



Figure 5.11 – Modules de flexion des composites à fibres de lin et de carbone en fonction de l'orientation des fibres pour une fréquence de 1000 Hz.

5.2.3.3 Amortissement des composites en fibres de lin et de carbone

L'analyse des courbes de réponse est effectuée par interpolation polynomiale d'ordre 6 à 8. Elle permet d'obtenir les valeurs des fréquences de résonance f_i et des amplitudes à la résonance pour chaque mode de vibration. Cette démarche permet par la suite de déterminer le facteur de perte η_i en relevant les valeurs des fréquences par la méthode de la bande passante à -3dB (Equation 5.2).

La figure 5.12 montre la variation des facteurs de perte en fonction de la fréquence des matériaux composites lin-époxyde et carbone-époxyde pour les différentes orientations de fibres (0° à 90°). Les résultats sont donnés pour trois longueurs différentes d'éprouvettes (L = 250, 200 et 150 mm). Pour les deux composites, on constate que le facteur de perte augmente avec la fréquence pour toutes les orientations des fibres. En comparant les valeurs d'amortissement de ces deux composites, on constate que les facteurs de pertes des composites en fibres de lin sont plus élevés que ceux des composites en fibres de carbone pour toutes les orientation des fibres de carbone pour toutes les orientations de fibres de lin sont plus élevés que ceux des composites en fibres de 0° et pour une fréquence de 1000 Hz, la valeur du facteur de perte est de 1.36% dans le composite en fibres de lin, alors qu'elle n'est que 0.36% dans le composite en fibres de carbone.



Figure 5.12 – Variation des facteurs de perte en fonction de la fréquence pour les composites en fibres de lin et en fibres de carbone pour différentes orientations de fibres : a) 0°, b) 15°, c) 30°, d) 45°, e) 60°, f) 75° et g) 90°.

Les valeurs élevées des facteurs de perte des composites en fibres de lin peuvent être attribuées à l'interface entre la matrice et les fibres, l'interface entre les fibres et la nature viscoélastique et architecturale des fibres et aux porosités. D'après les travaux de Duc *et al.* (2014), ces différences sont essentiellement dues à la composition chimique et l'architecture des fibres de lin. En plus, leur morphologie favorise la dissipation de l'énergie, d'une part par frottement entre la cellulose et l'hémicellulose dans chaque paroi cellulaire, appelé frottement intra-cellulaire et d'autre part, par le frottement entre les parois cellulaires, appelé frottement inter-cellulaire.

Par la suite, l'influence de l'orientation des fibres sur l'amortissement des poutres composites a été étudiée. La variation du facteur de perte des composites en fibres de lin et en fibres de carbone en fonction de l'orientation des fibres est présentée sur la figure 5.13 pour trois fréquences (500, 1000 et 1500 Hz). Les résultats obtenus montrent bien que le facteur de perte augmente avec la fréquence. Pour les deux composites, l'amortissement transversal des composites avec fibres orientées à 90° est supérieur à l'amortissement longitudinal des composites avec des fibres orientées à 0°. Dans le cas des stratifiés unidirectionnels à base de fibres de lin, l'amortissement est maximal pour une orientation de 75° des fibres. Dans l'autre cas des stratifiés unidirectionnels à base de fibre de carbone, l'amortissement est maximal entre les deux orientations de 45° et 60° des fibres.



Figure 5.13 – Evolution des facteurs de perte en fonction de l'orientation des fibres des composites : a) lin-époxyde et b) carbone-époxyde.

5.2.4 Caractérisation du comportement vibratoire des composites renforcés par des fibres hybrides lin/carbone

5.2.4.1 Comparaison des réponses dynamiques des stratifiés hybrides

Les résultats des réponses dynamiques en fonction de la fréquence des matériaux composites non-hybrides et hybrides lin/carbone ont été comparés. Les figure 5.14 et figure 5.15 comparent les réponses en fréquence (FRF) des différents composites unidirectionnels pour une orientation des fibres de 0° et pour une plage de fréquences de [0-2kHz]. La figure 5.14 compare les résultats du composite constitué uniquement de fibres de lin $[L_3]_s$ et des composites hybrides $[L_2/C]_s$ et $[L/C_2]_s$ (couches externes en fibres de lin). La figure 5.15 compare les résultats du composite constitué uniquement de fibres de lin). La figure 5.15 compare les résultats du composite constitué uniquement de fibres de carbone $[C_3]_s$ et des composites hybrides $[C_2/L]_s$ et $[C/L_2]_s$ (couches externes en fibres carbone). Il a été remarqué que lorsque taux de fibres de lin augmente, la valeur de l'amplitude des pics diminue. Pour un même mode, la valeur de la fréquence augmente lorsque le taux des fibres de carbone augmente. Cette augmentation beaucoup plus marquée si les fibres de carbone constituent les faces extérieures du composite. Les plis en fibres de lin à l'intérieur participent peu au comportement vibratoire des composites.



Figure 5.14 – Comparaison de la réponse dynamique des composites avec des couches externes en fibres de lin



Figure 5.15 – Comparaison de la réponse dynamique des composites avec des couches externes en fibres de carbone.

5.2.4.2 Module de flexion des stratifiés hybrides

La figure 5.16 présente les résultats des modules de flexion déduits des essais expérimentaux menés sur les différentes séquences d'empilement des matériaux composites hybrides. Elle donne la variation du module de flexion en fonction de la fréquence pour les différentes orientations des fibres (0° , 15° , 30° , 45° , 60° , 75° et 90°). Pour toutes les orientations de fibres, les modules de flexion apparaissent constants ou varie très peu. Par conséquent, les composites hybrides montrent aussi un comportement relativement indépendant de la fréquence. De plus, pour chaque stratifié hybride, on remarque que le module de flexion diminue lorsque l'orientation des fibres augmente. D'autre part, les modules des éprouvettes orientées à 45° , 60° , 75° et 90° sont très faibles et mettent en évidence la contribution du comportement de la résine sous sollicitations de flexion des stratifiés.



Figure 5.16 – Variation des modules de flexion des matériaux hybrides a) $[L_2/C]_s$, b) $[L/C_2]_s$, c) $[C/L_2]_s$ et d) $[C_2/L]_s$.

L'effet de l'hybridation des fibres de lin et de carbone sur la rigidité des matériaux composites est étudié à travers la figure 5.17. Cette figure présente une comparaison des modules de flexion des composites non-hybrides et hybrides à une fréquence de 1000 Hz et pour les différentes orientations de fibres (0° à 90°). Pour chaque orientation de fibre, on constate que plus la teneur en fibres de carbone est importante, plus le module de flexion de composite est élevé. A titre d'exemple, pour l'orientation de fibres à 0°, le module de flexion du stratifié hybride $[C/L_2]_s$ possédant une teneur de 19 % en fibres de carbone est de 62 GPa alors que celui du stratifié $[C_2/L]_s$ avec une teneur de 37 % en fibres de carbone est de l'ordre de 76 GPa. Cependant, le module du stratifié en fibre de carbone présente une valeur d'environ 85 GPa. De plus, ces résultats montrent que les modules des stratifiés $[L_2/C]_s$ et $[L/C_2]_s$ sont légèrement supérieurs à celui de $[L_3]_s$ pour les différentes orientations.



Figure 5.17 – Comparaison des modules de flexion des composites non-hybrides et hybrides à 1000 Hz pour des différentes orientations de fibres : a) 0°, b) 15°, c) 30°, d) 45°, e) 60°, f) 75° et g) 90°.

En effet, la rigidité de ces matériaux est dominée essentiellement par les couches extérieures de lin et l'augmentation de cette rigidité est attribuée au remplacement des couches internes par des couches de carbone. Toutefois, les modules des stratifiés $[C/L_2]_s$ et $[C_2/L]_s$ sont légèrement inférieurs à celui de $[C_3]_s$ pour les différentes orientations. En effet, la rigidité de ces matériaux est dominée essentiellement par les couches extérieures de carbone et la diminution de cette rigidité est attribuée au remplacement des couches internes par des couches de lin.

Plus particulièrement, à même fraction volumique de fibre, le module est plus élevé lorsque les couches de carbone sont placées en tant que couches externes des stratifiés hybrides. En effet, pour l'orientation de 0° des fibres et à 1000 Hz, pour les stratifiés $[L/C_2]_s$ et $[C_2/L]_s$ possédant une teneur en fibres de lin de l'ordre de 12%, le module du stratifié $[L/C_2]_s$ a augmenté de 60% par rapport au stratifié de lin $[L_3]_s$, alors que celui du stratifié $[C_2/L]_s$ a augmenté de 300%.

5.2.4.3 Amortissement des stratifiés hybrides

L'évolution des facteurs d'amortissement des composites stratifiés hybrides a été étudiée en faisant varier l'orientation des fibres ainsi la fréquence de vibration. La figure 5.18 présente les résultats des facteurs de perte en fonction de l'orientation des fibres des différents matériaux composites hybrides et pour trois fréquences (500, 1000 et 1500 Hz). Les résultats obtenus montrent bien que le facteur de perte augmente avec la fréquence pour tous les composites hybrides étudiés. Pour les différents composites, on remarque aussi que l'amortissement transversal est supérieur à l'amortissement longitudinal. Dans le cas des stratifiés hybrides avec des couches extérieures en fibres de lin, l'amortissement est maximal pour une direction des fibres de 75°. Dans les stratifiés hybrides avec des couches extérieures en fibre de carbone, l'amortissement est maximal pour une direction de fibres de 45°.



Figure 5.18 – Evolution des facteurs de perte en fonction de l'orientation des fibres des composites : a) $[L_2/C]_s$, b) $[L/C_2]_s$, c) $[C/L_2]_s$ et d) $[C_2/L]_s$.

Une comparaison a été effectuée entre les facteurs d'amortissements des composites stratifiés en fibres de lin, en fibres de carbone et hybrides lin/carbone afin de mettre en évidence l'effet de l'hybridation des fibres sur le comportement vibratoire des composites. La figure 5.19 présente les résultats obtenus des facteurs de perte en fonction de l'orientation des fibres pour une fréquence donnée à 1000 Hz. Les résultats de cette analyse montrent que l'amortissement des stratifiés $[L_2/C]_s$ et $[L/C_2]_s$ est légèrement inférieur à celui du stratifié $[L_3]_s$ pour les différentes orientations. En effet, l'énergie est dissipée essentiellement par les couches extérieures de lin et la diminution de l'amortissement est attribuée au remplacement des couches internes par des couches de carbone. Néanmoins, l'amortissement des stratifiés $[C_2/L]_s$ et $[C/L_2]_s$ est légèrement de la dissipation d'énergie par les couches extérieures de carbone et au remplacement de la couches internes par des couches internes par des couches internes par des couches internes par des couches internes par les couches estérieures de la dissipation d'énergie par les couches extérieures de carbone et au remplacement des couches internes par des couches internes par des couches internes par des couches internes par des couches extérieures de la dissipation d'énergie par les couches extérieures de carbone et au remplacement des couches internes par des couches de lin.



Figure 5.19 – Influence de l'hybridation des composites sur le facteur de perte à 1000 Hz.

Afin de mieux illustrer ces résultats, la figure 5.20 présente l'évolution des facteurs d'amortissement en fonction de la fraction volumique en fibres de lin à une fréquence de 1000 Hz, pour les différentes orientations des fibres et pour les différentes séquences d'empilement. On observe que le facteur de perte augmente lorsque la teneur en fibres de lin augmente. A titre d'exemple, pour une orientation des fibres de 0°, les stratifiés $[L/C_2]_s$ et $[L_2/C]_s$ ont une teneur en fibres de lin de l'ordre de 12% et 22% respectivement, le stratifié $[L/C_2]_s$ présente un coefficient d'amortissement inférieur de 27% à celui du stratifié en fibres de lin $[L_3]_s$, alors que cette diminution n'est que de 8% dans le cas du stratifié $[L_2/C]_s$. En outre, à même fraction volumique de fibre, il est observable que l'amortissement dans les stratifiés hybrides avec des couches internes de lin. Par exemple, pour une fréquence de 1000 Hz et une orientation de fibres de 0°, les stratifiés $[C_2/L]_s$ et $[L/C_2]_s$ avec une teneur en fibres de lin de l'ordre de 12%, le stratifié $[L/C_2]_s$ présente un coefficient d'amortissement supérieur a celui des stratifiés hybrides avec des couches internes de lin. Par exemple, pour une fréquence de 1000 Hz et une orientation de fibres de 0°, les stratifiés $[C_2/L]_s$ et $[L/C_2]_s$ avec une teneur en fibres de lin de l'ordre de 12%, le stratifié $[L/C_2]_s$ présente un coefficient d'amortissement supérieur de 62% à celui du stratifié $[C_2/L]_s$.



Figure 5.20 – Comparaison des facteurs de perte en fonction de la fraction volumique des fibres de lin pour les six matériaux composites à 1000 Hz et pour les différentes orientations de fibres : a) 0°, b) 15°, c) 30°, d) 45°, e) 60°, f) 75° et g) 90°.

5.3 Modélisation du comportement vibratoire des composites hybrides et non hybrides

Une analyse numérique basée sur un calcul des structures par éléments finis a été réalisée afin d'évaluer les propriétés modales des composites stratifiés hybrides et non hybrides. Cette analyse est basée sur la méthode de l'énergie de déformation modale largement utilisée dans plusieurs travaux : Assarar (2007), El Mahi et al. (2008); Billups et al. (2008); Hammami et al. (2015); Monti et al. (2017). Cette méthode considère que l'énergie totale dissipée correspond à la somme des énergies dissipées dans les différentes directions du matériau. Ainsi, il est possible de calculer les coefficients d'amortissement modal en utilisant cette approche énergétique conjointement avec l'analyse par éléments finis. La méthodologie utilisée consiste tout d'abord à calculer les fréquences de résonance, les tenseurs de contraintes et de déformations pour chaque mode de flexion. Par la suite, elle calcule l'énergie de déformation totale et l'énergie dissipée par amortissement. Enfin, le facteur de perte global du composite est estimé par le rapport de ces deux énergies.

5.3.1 Présentation du modèle d'éléments finis

Les éprouvettes stratifiées hybrides et non hybrides ont été modélisées par la méthode des éléments finis pour déterminer les fréquences propres ainsi que les tenseurs de déformations et de contraintes pour chaque mode de flexion. L'analyse par la méthode des éléments finis a été conduite en utilisant *MSC NASTRAN* avec *PATRAN*. Les stratifiés sont constitués de couches unidirectionnelles. Les couches en fibres de lin et en fibre de carbone ont été modélisées par des matériaux orthotropes. Ces couches possèdent trois plans de symétrie orthogonaux deux à deux. Les directions principales (1, 2) seront prises respectivement suivant la direction des fibres et la direction transversale ; ces directions seront notées L et T. La direction 3 orthogonale au plan de la couche sera également notée T' (Figure 5.21). Leurs propriétés mécaniques élastiques sont caractérisées par les constantes de rigidité réduites Q'11, Q'12, Q'16, Q'22, Q'26 et Q'66 dont la direction principale 1 (ou L) fait un angle θ avec la direction *x* de référence (Figure 5.21). Ces propriétés ont été calculées en utilisant les modules d'ingénieurs des composites donnés dans le tableau 3.1 en utilisant la théorie des stratifiés dans un état de contraintes planes (Berthelot, 2005). Ces constantes de rigidités réduites sont présentées dans le tableau 5.1.



Figure 5.21 – Couche de matériau composite orthotrope.

Couche		Q'11 (GPa)	Q' ₁₂ (GPa)	Q' ₁₆ (GPa)	Q' ₂₂ (GPa)	Q' ₂₆ (GPa)	Q' ₆₆ (GPa)
Lin	0°	17,75	1,14	0	3,67	0	1,64
	15°	16,02	1,92	3,12	3,83	0,39	2,42
	30°	11,87	3,49	4,41	4,83	1,68	4
	45°	7,56	4,28	3,52	7,56	3,52	4,78
	60°	4,83	3,49	1,68	11,87	4,41	4
	75°	3,83	1,92	0,39	16,02	3,12	2,42
	90°	3,67	1,14	0	17,75	0	1,64
Carbone	0°	85,6	1,86	0	5,64	0	5,13
	15°	76,06	6,05	17,25	6,81	2,74	9,32
	30°	53,05	14,42	24,56	13,07	10,06	17,7
	45°	28,9	18,61	19,9	28,9	19,9	21,88
	60°	13,07	14,42	10,06	53,05	24,56	17,7
	75°	6,81	6,05	2,74	76,06	17,25	9,32
	90°	5,64	1,86	0	85,6	0	5,13

 Tableau 5.1 – Rigidités réduites des composites unidirectionnels.

Ensuite, les composites stratifiés unidirectionnels ont été définis (séquence d'empilement, épaisseur et orientation des couches). Par la suite, ils ont été maillés suivant la longueur et l'épaisseur comme il est montré dans la figure 5.22. Des éléments finis de types quadratiques à 4 nœuds, nommés Quad 4 dans MSC NASTRAN ont été utilisés.



Figure 5.22 – Schématisation du maillage d'une poutre.

Dans l'intérêt de conserver les différentes séquences d'empilement des stratifiés hybrides carbone/lin, la surface a été dissociée en différentes surfaces attachées, ayant chacune ses propres propriétés du matériau. Pour cela, le nombre d'éléments est variable selon l'épaisseur utilisée, qui est déterminé à la suite d'une étude préliminaire de convergence de maillage. Les poutres testées admettent des conditions aux limites encastrées/libres et par la suite les nœuds d'une extrémité ont été encastrés (les degrés de liberté en translation et en rotation de ces nœuds sont bloqués). Les différentes poutres ont été étudiées pour trois longueurs 150, 200 et 250 mm, leur largeur est de 25 mm et l'épaisseur est définie de façon à reproduire les différentes configurations de poutres étudiées précédemment dans la partie expérimentale (section 5.2). En résolvant le problème aux valeurs propres de type « NORMAL MODE » exprimé par l'équation 5.4, le solveur « LANCZOS » (Lanczos, 1950) sur MSC NASTRAN a été utilisé.

$$([K] - \omega_0^2[M]){q} = 0$$
 (5.4)

avec [K] est la matrice de rigidité définie à partir des propriétés du matériau, [M] est la matrice masse et $\{q\}$ représente le vecteur des variables propres. Enfin, les fréquences propres, les tenseurs des déformations et de contraintes pour chaque mode de résonance ont été

déterminés en respectant les étapes de la méthode numérique résumée dans l'organigramme présenté dans la figure 5.23.



Figure 5.23 – Organigramme illustrant la méthode des éléments finis pour le calcul des fréquences propres et des tenseurs des contraintes et des déformations.

5.3.2 Calcul du facteur de perte global

L'analyse par éléments finis permet de calculer pour chaque mode propre les fréquences de résonance et les valeurs des déformations et des contraintes dans le plan ε_{xx}^e , ε_{zz}^e , ε_{xz}^e , σ_{xx}^e , σ_{zz}^e et σ_{xz}^e d'un élément fini dans les directions x et z.

La méthode énergétique a été développée dans un algorithme utilisant MATLAB pour calculer l'énergie totale de déformation et l'énergie dissipée. Le calcul de ces énergies est basé sur la théorie des stratifiés de premier ordre.

L'énergie dans le plan *U*^e emmagasinée dans un élément fini (e) peut être définie en fonction des énergies de déformation dans le plan dans les différentes directions du matériau.

$$U^{e} = U^{e}_{xx} + U^{e}_{zz} + U^{e}_{xz}$$
(5.5)

avec

$$U_{xx}^{e} = \frac{1}{2} \iint \sigma_{xx}^{e} \mathcal{E}_{xx}^{e} dx dz, \qquad (5.6)$$

$$U_{zz}^{e} = \frac{1}{2} \iint \sigma_{zz}^{e} \mathcal{E}_{zz}^{e} dx dz, \qquad (5.7)$$

$$U_{xz}^{e} = \frac{1}{2} \iint \sigma_{xz}^{e} \varepsilon_{xz}^{e} dx dz.$$
(5.8)

où les intégrations couvrent l'aire de l'élément fini *e*. Ensuite, les énergies de déformation totales dans le plan du stratifié dans les différentes directions sont calculées par sommation des énergies de déformation dans le plan des éléments composant le stratifié.

$$U_{xx} = \sum_{elements,e} U_{xx}^{e},$$
(5.9)

$$U_{zz} = \sum_{elements,e} U_{zz}^{e}, \tag{5.10}$$

$$U_{xz} = \sum_{elements,e} U_{xz}^{e}, \qquad (5.11)$$

où U_{xx} est l'énergie de déformation de la contrainte longitudinale, U_{zz} l'énergie de déformation de la contrainte transversale et U_{xz} l'énergie de déformation de la contrainte de cisaillement. Enfin, l'énergie de déformation totale U_{total} accumulée dans la poutre du stratifié est donnée par l'accumulation des énergies de déformation totales dans le plan correspondant aux différentes directions.

$$U_{total} = U_{xx} + U_{zz} + U_{xz}$$
(5.12)

L'énergie dissipée par amortissement dans un élément fini donné *e* est exprimée en fonction des énergies de déformation dans le plan des éléments.

$$\Delta U^{e} = \psi_{xx} U^{e}_{xx} + \psi_{zz} U^{e}_{zz} + \psi_{xz} U^{e}_{xz}$$
(5.13)

où ψ_{xx}, ψ_{zz} et ψ_{xz} sont les coefficients d'amortissement spécifiques dans les différentes directions de l'éprouvette en composite stratifié. Les coefficients d'amortissement spécifiques $\psi_{ij} = 2\pi\eta_{ij}, \eta_{ij}$ sont les facteurs de perte et ils sont déduits à partir des résultats expérimentaux. En fait, ils sont obtenus à partir des essais de flexion réalisés sur des éprouvettes

unidirectionnelles avec différentes orientations de fibres. Ensuite, l'énergie totale ΔU dissipée dans l'éprouvette entière est obtenue par sommation des énergies dissipées dans tous les éléments.

$$\Delta U = \sum_{elements,e} \Delta U^e \tag{5.14}$$

Enfin, pour chaque mode, le facteur de perte global est obtenu par le rapport de l'énergie totale dissipée et l'énergie totale de déformation.

$$\psi_i = \frac{\Delta U}{U_{total}} = 2\pi\eta_i \tag{5.15}$$

La figure 5.24 présente l'organigramme de la démarche suivie afin de calculer les facteurs de perte dans les différents matériaux.



Figure 5.24 – Organigramme illustrant la démarche suivie pour déterminer les facteurs de *perte.*

5.3.3 Résultats numériques et confrontation avec les résultats expérimentaux

Les fréquences propres et les facteurs d'amortissement prédits ont été déduits de la simulation numérique dans le cas des composites renforcés par de fibres de lin, de fibres de carbone et de fibres hybrides lin/carbone. L'analyse modale décrite précédemment a été réalisée pour s'assurer que les fréquences propres obtenues sont celles associées aux modes de flexion purs. Ainsi les déformées modales obtenues par l'analyse par éléments finis pour les six premiers modes de vibration en flexion des poutres stratifiées sont présentées dans figure 5.25.



Figure 5.25 – Déformées modales des 6 premiers modes de flexion.

Cette analyse modale a été appliquée sur des poutres unidirectionnelles en faisant varier l'orientation des fibres (0°, 15°, 30°, 45°, 60°, 75° et 90°). La modélisation des différentes poutres a été effectuée de manière à garder les mêmes conditions utilisées dans l'étude expérimentale du section 5.2. Ainsi, l'analyse a été effectuée dans le cas des poutres de géométries rectangulaires planes pour différentes longueurs: 150, 200 et 250 mm.

Chaque poutre testée avait une largeur nominale de 25 mm et une épaisseur nominale de 2,05 mm à 3,1 mm pour les stratifiés en matériaux composites en fibres de carbone et en fibres de lin, respectivement. Ensuite, des poutres stratifiées en matériaux composites hybrides ont été également modélisées dans les mêmes conditions que les poutres non hybrides. Dans ce cas, l'analyse modale des différentes orientations a été effectuée sur des éprouvettes de différentes longueurs : 150, 200 et 250 mm et pour des épaisseurs nominales identiques à celles utilisées dans les essais expérimentaux (Tableau 2.4).

Les résultats obtenus par cette analyse ont été comparés à ceux mesurés expérimentalement. A titre d'exemple, les résultats de la variation des fréquences en fonction de l'orientation des fibres sont illustrés dans la figure 5.26 pour le stratifié en fibres de lin et sur la figure 5.27 pour le stratifié en fibres de carbone. Pour toutes les orientations des fibres, on peut noter un bon accord entre les résultats expérimentaux et ceux numériques concernant la variation des fréquences propres. De plus, comme il a été observé expérimentalement, les fréquences diminuent lorsque l'orientation des fibres augmente. En effet, la fréquence propre est proportionnelle à la rigidité du matériau qui diminue avec augmentant l'orientation des fibres.



Figure 5.26 – Comparaison entre les résultats expérimentaux et numériques de la variation des fréquences en fonction de l'orientation des fibres des composites en fibres de lin.



Figure 5.27 – *Comparaison entre les résultats expérimentaux et numériques de la variation des fréquences en fonction de l'orientation des fibres des composites en fibres de carbone.*

Les figure 5.28 et figure 5.29 présentent la superposition de l'évolution des modules de flexions obtenus par les deux analyses en fonction de la fréquence des composites en fibres de lin et en fibres de carbone. Un bon accord entre les résultats obtenus par éléments finis et ceux obtenus expérimentalement a été constaté. Le module de flexion diminue avec l'orientation des fibres.



Figure 5.28 – Comparaison entre les résultats expérimentaux et numériques des modules de flexion en fonction des fréquences des composites en fibres de lin.



Figure 5.29 – Comparaison entre les résultats expérimentaux et numériques des modules de flexion en fonction des fréquences des composites en fibres de carbone.

La figure 5.30 compare les résultats numériques et expérimentaux de l'évolution du coefficient d'amortissement en fonction de la fréquence des matériaux composites en fibres de lin et en fibres de carbone pour différentes orientations de fibres de 0° à 90°. Là aussi, on constate un bon accord entre les résultats obtenus numériquement par éléments finis et ceux obtenus expérimentalement dans les différentes composites et les différentes orientations.



Figure 5.30 – Comparaison des résultats expérimentaux et numériques des facteurs de pertes en fonction de la fréquence pour les composites en fibres de lin et en fibre de carbone pour différentes orientations de fibres : a) 0°, b) 15°, c) 30°, d) 45°, e) 60°, f) 75° et g) 90°.

La figure 5.31 montre les résultats mesurés et les résultats numériques obtenus de la variation des coefficients d'amortissement en fonction de l'orientation des fibres des composites hybrides lin/carbone. Les résultats obtenus sont présentés pour trois valeurs de fréquence (500, 1000 et 1500 Hz. Un bon accord a été obtenu entre les résultats numériques et ceux expérimentaux.



Figure 5.31 – Comparaison entre les résultats expérimentaux et les résultats numériques de l'évolution des facteurs de perte en fonction de l'orientation des fibres des composites : a) $[L_2/C]_s$, b) $[L/C_2]_s$, c) $[C/L_2]_s$ et d) $[C_2/L]_s$.

L'analyse par éléments finis développée dans cette partie a montré comment la modélisation permet de déterminer les propriétés dynamiques des différents matériaux composites stratifiés. L'analyse a été menée dans le cas simple de la flexion de poutres. Cette modélisation peut également être appliquée à l'analyse des propriétés d'une structure de forme réelle complexe, permettant alors de s'affranchir d'une analyse expérimentale plus longue à mettre en place. Elle permet aussi d'effectuer une analyse paramétrique en faisant varier le rapport des épaisseurs des couches de lin et de carbone.

5.4 Conclusion

Ce chapitre a permis d'évaluer les propriétés dynamiques en vibration des composites en fibres de lin, fibres de carbone et fibres hybrides lin/carbone à partir d'une analyse expérimentale et numérique. Dans un premier temps, une étude expérimentale a été menée sur des éprouvettes stratifiées non hybrides et hybrides en flexion de poutres. Cette étude a été réalisée afin de mettre en évidence l'effet de l'hybridation, la séquence d'empilement et l'orientation des fibres sur les propriétés dynamiques (la fréquence et l'amortissement modaux) des composites. Les fréquences ainsi que les amortissements modaux ont été déduites de la fonction de réponse en fréquence en utilisant un marteau d'impact et vibromètre laser. Les résultats obtenus ont permis de mettre en évidence l'effet de l'hybridation, le taux des constituants ainsi que la position des couches sur les valeurs des fréquences de résonances et des amortissements des composites hybrides lin/carbone.

Dans un second temps, une analyse numérique a été développée utilisant un modèle de calcul des structures par éléments finis. Cette analyse a permis d'évaluer le comportement des matériaux étudiés. Les différentes séquences d'empilements ont été étudiées en tenant compte des propriétés des matériaux constitutifs. Les fréquences de résonance des différents matériaux ont ainsi été déterminées. Par la suite, les modules de flexion et les facteurs de perte modaux ont été évalués en utilisant l'approche énergétique.

Les résultats des propriétés mécaniques et des amortissements des composites étudiés montrent que le comportement vibratoire dépend essentiellement de position des couches et de la teneur en fibres de lin et de carbone. En effet, il a été démontré que le remplacement des couches de carbone par des couches de lin de part et d'autre de la structure améliore considérablement son amortissement tout en diminuant son module de flexion. En plus, il a été observé que les propriétés dynamiques et mécaniques obtenues dépendent de l'orientation des fibres par rapport à la direction de sollicitation. Ainsi, en s'approchant d'une sollicitation transversale par rapport au sens des fibres, le comportement de la matrice devient plus prépondérant. Les résultats expérimentaux et numériques obtenus pour les fréquences et les facteurs d'amortissement présentent une bonne corrélation entre eux. Enfin, dans le but d'identifier l'influence des caractéristiques des couches en fibres de lin et de carbone sur le comportement dynamique des composites, des études paramétriques peuvent être effectuées. Différentes propriétés des composites en fibres hybrides, telles que les fréquences, les modules de Young et les facteurs d'amortissement peuvent être alors analysées en faisant varier l'épaisseur et la position des couches en fibres de lin.

Conclusions et Perspectives

Les travaux exposés dans ce mémoire de thèse ont pour objectif d'étudier le comportement mécanique en statique, en fatigue avec suivi des mécanismes d'endommagement et le comportement en vibration de différents matériaux composites stratifiés. Les stratifiés étudiés sont composés de fibres synthétiques de carbone, de fibres naturelles de lin et de fibres hybrides associés à une résine époxyde. Le travail s'est attaché à mettre en place un processus d'évaluation expérimentale du comportement des matériaux composites hybrides, et de mettre en évidence l'influence de chaque constituant sur le comportement en statique, en fatigue et en vibration

Dans un premier temps, le comportement mécanique des stratifiés en fibres de lin et en fibres de carbone a été analysé au moyen d'essais statiques en traction visant à déterminer leurs propriétés principales décrivant une couche unidirectionnelle. Des essais de traction uni-axiale ont été effectués sur des éprouvettes unidirectionnelles avec différentes orientations de fibres. Ensuite, le comportement des stratifiés en fibres de lin, en fibres de carbone et en fibres hybrides lin/carbone a été analysé sous sollicitation en traction sur des éprouvettes unidirectionnelles dans le sens des fibres. Cette partie a révélé de bonnes propriétés mécaniques spécifiques (module d'Young et contrainte rapportés à la masse) pour les matériaux en fibres de carbone. Aussi, lorsque la teneur en fibres de carbone augmente, ces propriétés spécifiques augmentent. Par la suite, les différents mécanismes d'endommagement ont été identifiés et évalués par émission acoustique (EA). Une approche de classification non supervisée par la méthode des "k-moyennes" a été utilisée. Des observations et analyses microscopiques, associées à cette méthode (EA), ont permis d'associer des signatures acoustiques à des mécanismes d'endommagement au cours des essais. Il a été observé quatre classes d'endommagement (fissuration matricielle, décohésion interfaciale fibre/matrice, délaminage, déchaussement et rupture des fibres) pour les différents stratifiés étudiés. Dans un deuxième temps, des essais de flexion 3-points en statique ont été réalisés sur les différents matériaux composites. Toutes les éprouvettes testées étaient unidirectionnelles et orientées dans la direction 0° des fibres. Cette analyse a révélé de bonnes propriétés de rigidité et de contrainte maximale en statique pour les matériaux avec des taux élevés en fibres de carbone et plus particulièrement lorsque les couches de carbone sont situées sur la face extérieure du composite. Cependant, on a remarqué que les matériaux avec des taux important en fibre de lin possèdent de bonnes propriétés de déformation
dues au comportement ductile des fibres de lin. Par la suite, le comportement en fatigue cyclique des différents matériaux composites non hybrides et hybrides a été étudié sur des éprouvettes unidirectionnelles suivant la direction 0°. Tout d'abord, le comportement en fatigue cyclique en traction a été analysé. Des essais ont été réalisés avec différents niveaux de chargement en contrôlant le signal de la force. A partir de ces essais, les différentes propriétés en fatigue tels que la rigidité, l'énergie dissipée et l'amortissement ont été analysées. L'influence de l'hybridation sur la durée de vie en fatigue des composites a été établie et a permis de construire les courbes d'endurance. Ces courbes ont montré que le taux de chaque constituant joue un rôle important sur la durée de vie de ces composites. Pour mieux prendre en compte l'effet de chaque constituant sur la durée de vie du composite, il a été considéré une expression simple de l'évolution du niveau de chargement en fonction du nombre de cycles $N_{\rm R}$. Cette forme de description a permis de mieux visualiser la tenue en fatigue des matériaux par l'intermédiaire de la valeur intrinsèque B, représentant la pente de la droite d'endurance. Le résultat obtenu a montré que lorsque le taux de fibres de carbone augmente, la perte de rigidité diminue, alors que lorsque le taux de fibres de lin augmente sa durée de vie augmente. Comme dans le cas des essais statique, les mécanismes d'endommagement en fatigue ont été identifiés et suivis par émission acoustique. D'autre part, une étude des propriétés en fatigue cyclique des différents composites sollicités en flexion 3-points a été proposée. Ces essais ont été menés en contrôlant le signal du déplacement avec différents niveaux de chargement. Les résultats obtenus ont permis de constater que les fibres de lin conduisent à une résistance moins élevée que les fibres de carbone mais améliorent la dissipation d'énergie et l'amortissement, notamment, lorsque les fibres de lin sont disposées à l'extérieur du composite.

Dans la dernière partie de cette étude, le comportement en vibration des différents matériaux composites non hybrides et hybrides a été analysé. L'étude expérimentale a été menée dans le cas de flexion de poutres en vibration en configuration encastrée/libre. La réponse à l'impulsion par impact a été établie. Les valeurs des fréquences, des modules de flexion et des amortissements ont été déduites à partir de l'analyse de la fonction de réponse en fréquence (FRF). Les résultats obtenus montrent que la fréquence diminue avec l'augmentation de l'orientation des fibres pour les différents composites. Le module de flexion est indépendant de la fréquence mais diminue avec l'orientation des fibres. Le facteur d'amortissement augmente lorsque le taux de fibres de lin augmente. Cette augmentation est beaucoup plus importante lorsque les couches de lin sont situées sur la face extérieure du composite. D'autre part, nous avons été amenés à mettre en place une modélisation de l'amortissement des matériaux

composites. Cette modélisation est basée sur une analyse par éléments finis. Elle calcule les énergies de déformation emmagasinées dans les diverses couches des composites à partir des champs des contraintes et des déformations et pour chaque mode de vibration. Les énergies de déformation associées aux amortissements des constituants permettent ensuite de déterminer l'amortissement global du composite considéré. Cette modélisation a été appliquée aux différents matériaux composites considérés dans le cas des vibrations en flexion de poutres. Les résultats obtenus montrent une bonne concordance entre les valeurs expérimentales et des celles numériques.

Ainsi, on peut envisager l'utilisation de ce modèle numérique pour réaliser des études paramétriques permettant de dimensionner des structures composites à renfort hybrides et optimiser ainsi le rapport amortissement/performance mécanique. Par exemple, dans le dimensionnement des structures, on peut agir sur l'épaisseur des couches de chaque constituant, l'orientation et la teneur des fibres pour atteindre des propriétés souhaitées suivant l'application à réaliser.

Ce travail a donc permis de proposer un composite en fibres hybrides qui adopte bien le compromis entre les propriétés mécaniques (rigidité) et les propriétés d'amortissement (dissipation d'énergie). Ces bonnes propriétés permettent d'élargir son domaine d'utilisation dans le cas des applications qui requirent à la fois les propriétés mécaniques et vibratoires élevées. En effet, l'hybridation étudiée dans ce travail de thèse à apporter deux importantes propriétés aux matériaux :

- Une rigidité élevée, apportée par les fibres de carbone, par leur orientation et leur position dans les stratifiés hybrides.
- Un amortissement élevé, apportée par les fibres de lin, par leur orientation et leur position dans les stratifiés hybrides.

En tenant compte du compromis entre les propriétés mécaniques et vibratoires d'un composite à fibres hybrides, on peut explorer d'autres voies complémentaires, telles que :

- Optimiser son comportement en modifiant l'épaisseur des couches en fibres de lin et des couches en fibres de carbone.
- Optimiser aussi son comportement en utilisant différentes séquences d'empilement des couches de fibres.
- Analyser son vieillissement hygrothermique et son influence sur les propriétés mécaniques et vibratoires.

- Etudier son comportement à l'impact.
- Appliquer la modalisation à des structures de formes relativement complexes.
- Etc.

Références bibliographiques

- Abdollah M.F.B., Shuhimi F.F., Ismail N., Amiruddin H., Umehara N., « Selection and verification of kenaf fibres as an alt ernative friction material using Weighted Decision Matrix method », *Materials & Design*, vol. 67, 2015, p. 577–582.
- Abu Bakar A.H., Abdul Khalil H.P.S., « Lignocellulose-based hybrid bilayer laminate composite: part I studies on tensile and impact behavior of oil palm fiber–glass fiber reinforced epoxy resin », *Journal of Composite Materials*, vol. 39, n° 8, 2005, p. 663–684.
- Adams R. D., Bacon D. C. G., « Effect of fiber orientation and laminate geometry on the dynamic properties of CFRP », *Journal of Composite Materials*, vol. **7**, n° 4, 1973, p. 402–428.
- Aggelis D.G., De Sutter S., Verbruggen S., Tsangouri E., Tysmans T., « Acoustic Emission Characterization of Damage Sources of Lightweight Hybrid Concrete Beams », *Engineering Fracture Mechanics*, 2018; doi: https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2018.04.019.
- Ahmed K.S., Vijayarangan, S., « Tensile, flexural and interlaminar shear properties of woven jute and jute-glass fabric reinforced polyester composites », *Journal of materials processing technology*, vol. 207, n° 1-3, 2008, p. 330-335.
- Akil H. M., Omar M. F., Mazuki A. A. M., Safiee S., Ishak Z. A. M., Bakar A. A., « Kenaf fibre reinforced composites: a review », *Materials & Design*, vol. 32, 2011, p. 4107 4121.
- Amiri A., Cavalli M.N., « Experimental investigation of fatigue behavior of carbon fiber composites using fully reversed four point bending test », *Composite Materials and Joining Technologies for Composites*, vol. 7, 2013, p. 131-137.
- Amiri A., Hosseini N., Ulven C.A., Webster D., « Advanced bio-composites made from methacrylated epoxidized sucrose soyate resin reinforced with flax fibers », *Proceedings of the 20th International Conference on Composite Materials*, Copenhagen, Denmark, 2015a, p. 19-24.
- Amiri A., Hosseini N., Ulven C.A., « Long-term creep behavior of flax/vinyl ester composites using time-temperature superposition principle », vol 3, 2015b, p. 224-233.
- Arbelaiz A., Fernandez B., Cantero G., Llano-ponte R., Valea A., Mondragon I., « Influence of fiber/matrix modification and glass fiber hybridization », *Composites Part A*, vol. 36, 2005, p. 1637-1644.
- Assarar M., Zouari W., Sabhi H., Ayad R., Berthelot J.M., « Evaluation of the damping of hybrid carbon-flax reinforced composites », *Composite Structures*, vol. 132, 2015, p. 148–154.
- ASTM D30309/D3039M-14: Standard test method for tensile properties of polymer matrix composite.
- ASTM D 790 Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics
- ASTM E 756-98; Standard Test Method for Measuring Vibration Damping Properties of Materials," Reprinted from the Annual Book of ASTM Standards.
- Baker C., Morscher G.N., Pujar V.V., Lemanski J.R., « Transverse cracking in carbon fiber reinforced polymer composites: Modal acoustic emission and peak frequency analysis », *Composites Science and Technology*, vol. 116, 2015, p. 26-32.

- Baley C., « Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase », *Composite part A: Applied Science and Manufactoring*, vol. 33, 2002, p. 939–948.
- Baley C., *Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites*. Ed. Techniques Ingénieur, 2005.
- Baley C., Le Duigou A., Bourmaud A., Davies P., « Influence of drying on the mechanical behavior of flax fibres and their unidirectional composites », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 43, n° 8, 2012, p. 1226–1233.
- Baley C., Bourmaud A., « Average tensile properties of French elementary flax fibers », *Materials Letters*, vol. 122, 2014, p. 159–161.
- Baley C., Le Duigou A., Morvan C., Bourmaud A., *Tensile properties of flax fibers*, Handbook of Properties of Textile and Technical Fibres, Woodhead Publishing, 2018, p. 275-300.
- Barile C., « Innovative mechanical characterization of CFRP by using acoustic emission technique », *Engineering Fracture Mechanics*, 2018; doi: https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2018.02.024.
- Barnes A.C., Ramirez G., « Acoustic emission testing of carbon fiber composite offshore drilling risers », *AECM-6 (Conference proceedings)*, 1998, San Antonio, Texas, p. 13–22.
- Ben Ammar I., Contrôle de santé vibro-acoustique de l'endommagement des matériaux composites à base polymère pour l'aéronautique, Thèse de doctorat, Le Mans Université, France, 2014.
- Ben Ammar I., Karra C., El Mahi A., El Guerjouma R., Haddar M., « Mechanical behavior and acoustic emission technique for detecting damage in sandwich structures », *Applied Acoustics*, vol 86, 2014, p. 106–117.
- Bensadoun F., Vallons K.A.M., Lessard L.B., Verpoest I., Van Vuure A.W., «Fatigue behaviour assessment of flax–epoxy composites », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 82, 2016, p. 253–266.
- Belaadi A., Bezazi A., Bourchak M., Scarpa F., « Tensile static and fatigue behavior of sisal fibres », *Materials & Design*, vol. 46, 2013, p. 76–83.
- Berthelot J. M., *Matériaux composites : comportement mécanique et analyse des structures*, 4éme édition, Lavoisier 2005.
- Berthelot J.M., « Damping analysis of laminated beams and plates using the Ritz method », *Composite Structures*, vol. 74, 2006, p. 186–201.
- Berthelot J.M., Assarar M., Sefrani Y., El Mahi A., « Damping analysis of composite materials and structures », *Composite Structures*, vol. 85, n° 3, 2008, p. 189–204.
- Bezazi A., El Mahi A., Berthelot J. M., Bezzazi B., « Analyse de l'endommagement des stratifiés en flexion 3-points, influence de la séquence d'empilement », *XVème Congrès Français de Mécanique*, Nancy, 3-7 septembre, 2001.
- Bezazi A., El Mahi A., Berthelot J. M., Bezzazi B., «Flexural fatigue behavior of cross-ply laminates: an experimental approach », *Strength of Materials*, vol. 35, n° 2, 2003, p. 149-161.
- Bezazi A., El Mahi A., Berthelot J.M., Kondratas A., « Investigation of Cross-Ply Laminates Behaviour in Three Point Bending Tests. Part II: Cyclic Fatigue Tests », *Materials Science* (*Medžiagotyra*) vol. 9, n° 1: 2003, p. 1392–1320.

- Billups E. K., Cavalli M. N., « 2D damping predictions of fiber composite plates: Layup effects », *Composites Science and Technology*, vol. 68, 2008, p. 727–733.
- Beattie A.G., « Acoustic emission, principles and instrumentation », *Journal of acoustic emission*, vol. 2, 1983, p. 95-128.
- Bourchak M., Farrow I., Bond I., Rowland C., Menan F., « Acoustic emission energy as a fatigue damage parameter for CFRP composites », *International Journal of Fatigue*, vol. 29, n° 3, 2007, p. 457–470.
- Bledzki A.K., Reihmane S., Gassan J., « Properties and modification methods for vegetable fibers for natural fiber composites », *Journal of applied polymer science*, vol. 59, n° 8, 1996, p. 1329-1336.
- Bledzki A.K., Gassan J., « Composites reinforced with cellulose based fibres », *Progress in polymer science*, vol. 24, n° 2, 1999, p. 221-274.
- Bledzki A.K., Jaszkiewicz A., Murr M., Sperber V.E., Lützkendorf R., Reussmann T., « Processing techniques for natural and wood–fibre composites », *Properties and performance of natural-fibre composites*, 2008, p. 163–192.
- Busnel F., Contribution à l'étude de matériaux composites à matrice organique renforcés par des fibres de lin : influence des traitements chimiques sur la liaison interfaciale fibre-matrice, Thèse de doctorat, Lorient, 2006.
- Bussiba A., Kupiec M., Piat R., Böhlke T., « Fracture characterization of C/C composites under various stress modes by monitoring both mechanical and acoustic responses », *Carbon*, vol. 46, n° 4, 2008, p. 618–630.
- Bravo A., Toubal L., Koffi D., Erchiqui F., « Characterization of Tensile Damage for a Short Birch Fiber-reinforced Polyethylene Composite with Acoustic Emission », *International Journal of Material Science*, vol. 3, n° 3, 2013, p. 79-89.
- Bravo A., Toubal L., Koffi D., Erchiqui F., « Development of novel green and biocomposite materials: Tensile and flexural properties and damage analysis using acoustic emission », *Materials & Design*, vol. 66, 2015, p. 16–28.
- Cai M., Takagi H., Nakagaito A. N., Yan L., Waterhouse G. IN., « Effect of alkali treatment on interfacial bonding in abaca fiber-reinforced composites », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 90, 2016, p. 589 - 597.
- Cihan M., Sobey A.J., Blake J.I.R., « Mechanical and dynamic performance of woven flax/Eglass hybrid composites », *Composites Science and Technology*, vol. 172, 2019, p. 36–42.
- Charlet K., Contibution 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 Basse-Normandie, Caen, 2006.
- Charlet K., Beakou A., « Interfaces within flax fibre bundle: Experimental characterization and numerical modelling », *Journal of Composite Materials*, vol. 48, n° 26, 2014, p. 3263–3269.
- Cheour K., Assarar M., Scida D., Ayad R., GONG X.L., « Identification des coefficients d'amortissement de matériaux composites à fibres végétales », *lère Conférence Euro Maghrébine des Bio Composites*, 28-31 mars 2016, Marrakech.
- Coroller G., Lefeuvre A., Le Duigou A., Bourmaud A., Ausias G., Gaudry T., Baley C., « Effect of flax fibres individualisation on tensile failure of flax/epoxy unidirectional composite », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 51, 2013, p. 62–70.

- Dahmene F., Yaacoubi S., Mountassir ME., « Acoustic Emission of Composites Structures: Story, Success, and Challenges », *Physics Procedia*, vol. 70, 2015, p. 599–603.
- Daoud H., Rebière J. L., Makni A., Taktak M., El Mahi A., Haddar M., «Numerical and Experimental Characterization of the Dynamic Properties of Flax Fiber Reinforced Composites », *International Journal of Applied Mechanics*, vol. 8, n° 5, 2016, 1650068.
- Davies D.L., Bouldin D.W., « A Cluster Separation Measure », *IEEE transactions on pattern analysis and machine intelligence*, vol. 2, 1979, p. 224–227.
- de Andrade Silva F., Chawla N., de Toledo Filho R.D., « An experimental investigation of the fatigue behavior of sisal fibers », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 516, n° 1–2, 2009, p. 90–95.
- de Monte M., Moosbrugger E., Quaresimin M. Influence of temperature and thickness on the off-axis behaviour of short glass fibre reinforced polyamide 6.6 cyclic loading. *Composites: Part A.* Vol. 41, pp. 1368-1379, 2010.
- De Rosa I.M., Kenny J.M., Puglia D., Santulli C., Sarasini F., « Tensile behaviour of New Zealand flax (Phormium tenax) fibers », *Journal of Reinforced Plastic Composites*, vol. 29, n° 23, 2010, p. 3450–3454.
- De Silva C.W., Vibration: Fundamentals and Practice. Crc press. edition, 2006.
- Dhakal H.N., Zhang Z.Y., Guthrie R., MacMullen J., Bennett N., « Development of flaxcarbon fibre hybrid composites for enhanced properties », *Carbohydrate Polymers*, vol. 96, 2013, p. 1–8.
- Dissanayake N.P.J., Summerscales J., Grove S.M., Singh M.M., « Life cycle impact assessment of flax fibre for the reinforcement of composites », *Journal of Biobased Materials and Bioenergy*, vol. 3, n° 3, 2009, p. 245-248.
- Dittenber D.B., GangaRao H.V.S., « Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 43, n° 8, 2012, p. 1419–1429.
- Duby C., Robin S., *Analyse en Composantes Principales*. Institut National Agronomique, Paris-Grignon, 80. 2006.
- Duc F., Bourban P. E., Manson J. A. E., « Damping of thermoset and thermoplastic flax fibre composites », *Composites Part A*, vol. 64, 2014, p. 115–123.
- Duflou J.R., Yelin D., Van Acker K., Dewulf W., « Comparative impact assessment for flax fibre versus conventional glass fibre reinforced composites: are bio-based reinforcement materials the way to go? », *CIRP Annals*, vol. 63, n° 1, 2014, p. 45–48.
- Efendy M.A., Pickering K.L., « Comparison of harakeke with hemp fibre as a potential reinforcement in composites », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 67, 2014, p. 259–267.
- Eitzen D.G., Wadley H.N.G., « Acoustic emission: establishing the fundamentals », *Journal of Research of the National Bureau of Standards*, vol. 89, n° 1, 1984, p.75-100.
- El Mahi A., Assarar M., Sefrani Y., Berthelot J.M., «Damping analysis of orthotropic composite materials and laminates », *Composites: Part B*, vol. 39, n° 7, 2008, p. 1069–1076.
- El Mahi A., Bezazi A., « Describing the Flexural Behaviour of Cross-ply Laminates Under Cyclic Fatigue », *Applied composite materials*, vol. 16, 2009, p. 33–53.

- El Mahi A., Ben Salem I., Assarar M., Berbaoui R., Poîlane C., El Guerjouma R., « Analyse par émission acoustique de l'endommagement des matériaux éco-composites », *10ème Congrès Français d'Acoustique*, 2010.
- Farooq M.K., Comportement mécanique des composites sandwichs en statique et fatigue cyclique. Thèse de doctorat, Université du Maine, 2003.
- Faruk O., Bledzki A.K., Fink H.P., Sain M., « Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010 », *Progress in polymer science*, vol. 37, n° 11, 2012, p. 1552-1596.
- Faruk O., Bledzki A.K., Fink H.P., Sain M., « Progress report on natural fiber reinforced composites », *Macromolecular Materials and Engineering*, vol. 299, n° 1, 2014, p. 9 26.
- Fereshteh-Saniee F., Majzoobi G.H., Bahrami M., « An experimental study on the behavior of glass–epoxy composite at low strain rates », *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 162, 2005, p. 39-45.
- Fernandes E.M., Mano J.F., Reis R.L., « Hybrid cork–polymer composites containing sisal fibre: morphology, effect of the fibre treatment on the mechanical properties and tensile failure prediction », *Composite Structures*, vol. 105, 2013, p. 153-162.
- Flynn J., Amiri A., Ulven C., «Hybridized carbon and flax fiber composites for tailored performance », *Materials and Design*, vol. 102, 2016, p. 21–29.
- Fotouhi M., Suwarta P., Jalalvand M., Czel G., Wisnom M.R., « Detection of fibre fracture and ply fragmentation in thin-ply UD carbon/glass hybrid laminates using acoustic emission », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 86, 2016, p. 66-76.
- Fuqua M.A., Huo S., Ulven C.A., « Natural fiber reinforced composites », *Polymer Reviews*, vol. 52, n° 3, 2012, p. 259–320.
- Garcia F.G., Soares B.G., « Determination of the epoxide equivalent weight of epoxy resins based on diglycidyl ether of bisphenol A (DGEBA) by proton nuclear magnetic resonance », *Polymer Testing*, vol. 22, n° 1, 2003, p. 51-56
- Gassan J., « A study of fibre and interface parameters affecting the fatigue behaviour of natural fibre composites », *Composite Part A*, vol. 33, 2002, p. 369–374.
- Habibi M., Laperrière L., Lebrun G., Toubal L., « Combining short flax fiber mats and unidirectional flax yarns for composite applications: Effect of short flax fibers on biaxial mechanical properties and damage behavior », *Composites Part B: Engineering*, vol. 123, 2017, p. 165-178.
- Haggui M., El Mahi A., Jendli Z., Akrout A., Haddar M., « Static and fatigue characterization of flax fiber reinforced thermoplastic composites by acoustic emission », *Applied acoustics*, vol. 147, 2019, p. 100-110.
- Hammami M., El Mahi A., Karra C., Haddar M., « Vibration behavior of composite material with two overlapping delaminations », *International Journal of Applied Mechanics*, vol. 7, n° 4, 2015, p. 1550054.
- Haneefa A., Bindu P., Aravind I., Thomas S., « Studies on Tensile and Flexural Properties of Short Banana/Glass Hybrid Fiber Reinforced Polystyrene Composites », *Journal of Composite Materials*, vol. 42, n° 15, 2008, p. 1471–1489.
- Holbery J., Houston D., «Natural-fiber-reinforced polymer composites in automotive applications », *JOM*, vol. 58, n° 11, 2006, p. 80–86.

- Hughes M., Carpenter J., Hill C., « Deformation and fracture behaviour of flax fibre reinforced thermosetting polymer matrix composites », *Journal of Materials Science*, vol. 42, n° 7, 2007, p. 2499-2511.
- Huguet S., 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, France, 2002.
- Huo S., Chevali V.S., Ulven C.A., « Study on interfacial properties of unidirectional flax/ vinyl ester composites: resin manipulation on vinyl ester system », *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 128, n° 5, 2013, p. 3490-3500.
- Hwang S.J., Gibson R.F., « The Use of Strain Energy-Based Finite Element Techniques in the Analysis of Various Aspects of Damping of Composite Materials and Structures », *Journal of Composite Materials*, vol. 26, n° 17, 1992, p. 2585-2605.
- Idriss M., El Mahi A., Assarar M., El Guerjouma R., « Damping analysis in cyclic fatigue loading of sandwich beams with debonding », *Composites Part B: Engineering*, vol. 44, n° 1, 2013, p. 597-603.
- Jawaid M., Khalil H.A., « Cellulosic/synthetic fibre reinforced polymer hybrid composites: a review », *Carbohydrate polymers*, vol. 86, n° 1, 2011, p. 1-18.
- John K., Naidu S.V., « Effect of fiber content and fiber treatment on flexural properties of sisal fiber/glass fiber hybrid composites », *Journal of reinforced Plastics and Composites*, vol. 23, n° 15, 2004, p. 1601-1605.
- John M.J., Thomas S., « Biofibres and biocomposites », *Carbohydrate polymers*, vol. 71, n° 3, 2008, p. 343-364.
- Joshi S.V., Drzal L.T., Mohanty A.K., Arora S., « Are natural fiber composites environmentally superior to glass fiber reinforced composites? », *Composites Part A: Applied science and manufacturing*, vol. 35, n° 3, 2004, p. 371-376.
- Kattis S., « Noesis Advanced Data Analysis, Pattern Recognition & Neural Networks Software for Acoustic Emission Applications », *Kolloquium Schallemission, Statusberichte zur Entwicklung und Anwendung der Schallemissionsanalyse*, p. 9-10.
- Kersani M., Lomov S., Van Vuure A., Bouabdallah A., Verposet I., « Damage in flax epoxy quasi unidirectional woven laminates under quasi static tension », *Composite Materials*, vol. 49, 2015, p. 403-413.
- Keryvin V., Lan M., Bourmaud A., Parenteau T., Charleux L., Baley C., « Analysis of flax fibres viscoelastic behaviour at micro and nano scales », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 68, 2015, p. 219-225.
- Khalfallah M., Abbès B., Abbès F., Guo Y.Q., Marcel V., Duval A., Vanfleteren F., Rousseau F., « Innovative flax tapes reinforced Acrodur biocomposites: A new alternative for automotive applications », *Materials & Design*, p. 64, 2014, p. 116-126.
- Klemm D., Philipp B., Heinze T., Heinze U., Wagenknecht W., «Comprehensive cellulose chemistry: volume I: fundamentals and analytical methods », Wiley-VCH Verlag GmbH, 1998.
- Klemm D., Heublein B., Fink H.P., Bohn A., «Cellulose: fascinating biopolymer and sustainable raw material », *Angewandte Chemie International Edition*, vol. 44, n° 22, 2005, p. 3358-3393.

- Koricho E.G., Belingardi G., Beyene A.T., «Bending fatigue behavior of twill fabric Eglass/epoxy composite », *Composite Structures*, vol. 111, 2014, p. 169-178.
- Kocaman S., Karaman M., Gursoy M., Ahmetli G., «Chemical and plasma surface modification of lignocellulose coconut waste for the preparation of advanced biobased composite materials », *Carbohydrate polymers*, vol. 159, 2017, p. 48 57.
- Kumar G.C.M., « A study of short areca fibre reinforced PF composites », *Proceedings of the World Congress on Engineering WCE*, 2-4 July 2008, London.
- Kusumaningrum W.B., Munawar S.S., « Prospect of bio-pelletas an alternative energy to substitute solid fuel based », *Energy Procedia*, vol. 47, 2014, p. 303 309.
- Krässig H.A., « Cellulose: structure, accessibility and reactivity », *Polymer Monographs, Gordon and Breach Science Publishers*, Amsterdam, vol. 11, 1993.
- Lanczos C., « An iteration method for the solution of the eigenvalue problem of linear differential and integral operators », *Journal of Research of the National Bureau of* Standards, vol. 45, 1950, p. 255–82.
- Le Duigou A., Davies P., Baley C., « Replacement of glass/unsaturated polyester composites by flax/PLLA biocomposites: is it justified? », *Journal of biobased materials and bioenergy*, vol. 5, n° 4, 2011a, p. 466-482.
- Le Duigou A., Davies P., Baley C., « Environmental impact analysis of the production of flax fibres to be used as composite material reinforcement », *Journal of biobased materials and bioenergy*, vol. 5, n° 1, 2011b, p. 153-165.
- Le Guen M.J., Newman R.H., Fernyhough A., Emms G.W., Staiger M.P., « The dampingmodulus relationship in carbon/flax fibre hybrid composites », *Composites Part B*, vol. 89, 2016, p. 27–33.
- Le T.M., Pickering K.L., « The potential of harakeke fibre as reinforcement in polymer matrix composites including modelling of long harakeke fibre composite strength », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 76, 2015, p. 44 53.
- Lefeuvre A., Duigou A L., Bourmaud A., Kervoelen A., Morvan C., Baley C., « Analysis of the role of the main constitutive polysaccharides in the flax fibre mechanical behaviour », *Industrial Crops and Products*, vol. 76, 2015, p. 1039–1048.
- Li Y., Cai S., Huang X., « Multi-scaled enhancement of damping property for carbon fiber reinforced composites », *Composites Science and Technology*, vol. 143, 2017, p. 89-97.
- Liang S. Etude de comportement en fatigue des composites renforcés par fibres végétales. Prise en compte de la variabilité des propriétés. Thèse de doctorat, l'Université de Bourgogne, France, 2012.
- Liang S., Gning P.B., Guillaumat L., « A comparative study of fatigue behaviour of flax/epoxy and glass/epoxy composites », *Composites Science and Technology*, vol. 72, n° 5, 2012, p. 535-543.
- Likas A., Vlassis N., Verbeek J.J., « The global k-means clustering algorithm », *Pattern recognition*, vol. 36, n° 2, 2003, p. 451-461.
- "Lin cultivé," Wikipédia, 18-Jan-2018. [Online]. Available: https://www.lelin-cotenature.fr.
- Liu Q., Hughes M., « The fracture behaviour and toughness of woven flax fibre reinforced epoxy composites », *Composites Part A*, vol. 39, 2008, p. 1644-1652.

- Longana M., Ondra V., Yu H., Potter K., Hamerton I., « Reclaimed Carbon and Flax Fibre Composites: Manufacturing and Mechanical Properties », *Recycling*, vol. 3, n° 4, 2018, p. 52.
- Mahboob Z., Bougherara H., « Fatigue of flax-epoxy and other plant fibre composites: Critical review and analysis », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 109, 2018, p. 440–462.
- Mahjoub R., Bin Mohamad Yatim J., Sam M., Rahman A., « A review of structural performance of oil palm empty fruit bunch fiber in polymer composites », *Advances in Materials Science and Engineering*, 2013.
- Mallick P.K., « Fiber-reinforced Composites: Materials, Manufacturing, and Design », CRC press, 2010.
- Marec A., Contrôle de santé des matériaux hétérogènes par émission acoustique et acoustique non linéaire Discrimination des mécanismes d'endommagement et estimation de la durée de vie restante, » Thèse de doctorat, Université du Maine, Le Mans, France, 2008.
- Masmoudi S., Comportement mécanique et caractérisation par implant piézoélectrique ultrasonore intégré d'un matériau composite. Thèse de doctorat, Université du Maine, Université de Sfax, 2013.
- Masmoudi S., El Mahi A., Turki S., « Fatigue behaviour and structural health monitoring by acoustic emission of E-glass/epoxy laminates with piezoelectric implant », *Applied Acoustics*, vol. 108, 2016, p. 50-58.
- Milligan G.W., Cooper M.C., « An examination of procedures for determining the number of clusters in a data set », *Psychometrika*, vol. 50, n° 2, 1985, p. 59-179.
- Mirbagheri J., Tajvidi M., Hermanson J.C., Ghasemi I., «Tensile properties of wood flour/kenaf fiber polypropylene hybrid composites », *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 105, n° 5, 2007, p. 3054-3059.
- Mohanty A.K., Misra M.A., Hinrichsen G., «Biofibres, biodegradable polymers and biocomposites: an overview », *Macromolecular materials and Engineering*, vol. 276, n°1, 2000, p. 1-24.
- Monti A., Elaboration et caractérisation mécanique d'une structure composite sandwiche à base de constituants naturels. Thèse de doctorat, Le Mans Université, France, 2016.
- Monti A., El Mahi A., Jendli Z., Guillaumat L., « Experimental and finite elements analysis of the vibration behaviour of a bio-based composite sandwich beam », *Composites Part B: Engineering*, vol. 110, 2017, p. 466-475.
- Morgan P., Carbon Fibers and their Composites, CRC press, 2005.
- Morvan C., Abdul Hafez A.M., Jauneau A., Demarty M., « Les composés pectiques, marqueurs de la croissance du lin », *Bulletin de la Société Botanique de France. Actualités Botaniques*, vol. 138, n° 3-4, 1991, p. 339-350.
- Morvan C., Andème-Onzighi C., Girault R., Himmelsbach D.S., Driouich A., Akin D.E., « Building flax fibres: more than one brick in the walls », *Plant physiology and biochemistry*, Vol. 41, n° 11-12, 2003, p. 935–944.
- Morye S.S., Wool R.P., « Mechanical Properties of glass/flax hybrid composites based on novel modified soyabean oil matrix material », *Polymer Composites*, vol. 26, n° 4, 2005, p. 407-416.

- Muralidhar B.A., « Study of flax hybrid performs reinforced epoxy composites », *Materials & Design (1980-2015)*, vol. 52, 2013, p. 835-840.
- Newman R.H., Battley M.A., Carpenter J.E., Le Guen M.J., « Energy loss in a unidirectional flax–polyester composite subjected to multiple tensile load–unload cycles », *Journal of Materials Science*, vol. 47, n° 3, 2012, p. 1164-1170.
- Nielsen A., « Acoustic emission source based on pencil lead breaking », *Danish Welding Institute Publication*, 80:15, 1980.
- Nurfatimah AB., Chee C.Y., Abdullah L.A., Ratnam C.T., Ibrahim N.A., « Thermal and dynamic mechanical properties of grafted kenaf filled poly (vinyl chloride)/ethylene vinyl acetate composites », *Materials & Design (1980-2015)*, vol. 65, 2015, p. 204 211.
- Padmaraj N.H., Kini M.V., Pai B.R., Shenoya B.S., « Development of Short Areca Fiber Reinforced Biodegradable Composite Material », *Procedia Engineering*, vol. 64, 2013, p. 966-972.
- Payan J., Etude du comportement des composites stratifiés sous chargement statique et de fatigue, Thèse de doctorat, de l'université Aix-Marseille, France, 2004.
- Placet V., Cissé O., Boubakar M.L., « Nonlinear tensile behaviour of elementary hemp fibres. Part I: Investigation of the possible origins using repeated progressive loading with in situ microscopic observations », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 56, 2014, p. 319-327.
- Durai Prabhakaran R., Toftegaard H., Markussen C., Madsen B., « Experimental and theoretical assessment of flexural properties of hybrid natural fibre composites », *Acta Mechanica*, vol. 225, n° 10, 2014, p. 2775-2782.
- Petrucci R., Santulli C., Puglia D., Sarasini F., Torre L., Kenny J.M., «Mechanical characterisation of hybrid composite laminates based on basalt fibres in combination with flax, hemp and glass fibres manufactured by vacuum infusion », *Materials & Design*, vol. 49, 2013, p. 728-735.
- Pokhriyal M., Prasad L., Raturi H.P., «An experimental investigation on mechanical and tribological properties of Himalayan nettle fiber composite », *Journal of natural fibers*, vol. 15, n° 5, 2018, p. 752-761.
- Poilâne C., Cherif Z., Richard F., Vivet A., Ben Doudou B., Chen J., « Polymer reinforced by flax fibres as a viscoelastoplastic material », *Composite Structures*, vol. 112, 2014, p. 100-112.
- Roundi W., El Mahi A., El Gharad A., Rebiere J.L., « Experimental investigation of the fatigue behavior of glass/epoxy composites evaluated by the stiffness degradation and damage accumulation », *Journal of Composite Materials*, 2018. DOI: 10.1177/0021998318790341.
- Romhány G., Karger-Kocsis J., Czigány T., « Tensile fracture and failure behavior of technical flax fibers: Technical Flax Fibers », *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 90, n° 13, 2003, p. 3638-3645.
- Roget J., Essais non destructifs : l'émission acoustique. Mise en œuvre et application. AFNOR, CETIM, Paris, France, 1988.
- Roudier A., Charlet K., Moreno F., Toussaint E., Géneau-Sbartaï C., Commereuc S., Béakou, A., « Caractérisation des propriétés biochimiques et hygroscopiques d'une fibre de lin », *Matériaux & Techniques*, vol. 100, n° 5, 2012, p. 525-535.

- Rojo E., Alonso M.V., Oliet M., Saz-Orozco B.D., Rodriguez F., « Effect of fiber loading on the properties of treated cellulose fiber-reinforced phenolic composites », *Composites Part B: Engineering*, vol. 68, 2015, p. 185-192.
- Ramesh M., « Kenaf (Hibiscus cannabinus L.) fibre based bio-materials: a review on processing and properties », *Progress in Materials Science*, vol. 78, 2016, p. 1-92.
- Saidane E.H., Scida D., Assarar M., Sabhi H., Ayad R., « Hybridisation effect on diffusion kinetic and tensile mechanical behaviour of epoxy based flax–glass composites », *Composites Part A: Applied science and manufacturing*, vol. 87, 2016, p. 153-160.
- Saidane E.H., Scida D., Assarar M., Ayad R., « Damage mechanisms assessment of hybrid flazglass fibre composites using acoustic emission », *Composites Structures*, vol. 174, 2017, p. 1–11.
- Saidane E.H., Etude de l'effet du vieillissement hygrothermique sur le comportement mécanique d'éco-composites à renfort hybride, Thèse de doctorat, 2015.
- Sawadogo C.A.H., Comportement en fatigue des composites monolithiques et sandwiches : détection et suivi de l'endommagement par techniques non destructives. Thèse de doctorat, Université de Lille, 2009.
- SCHOLZE H., « *Le verre: nature, structure et propriétés* », 2nd Edition, Institut du verre, Paris, 1980.
- Shahzad A., « Hemp fiber and its composites–a review », *Journal of Composite Materials*, vol. 46, n° 8, 2012, p. 973-986.
- Shah D.U., Porter D., Vollrath F., « Can silk become an effective reinforcing fibre? A property comparison with flax and glass reinforced composites », *Composites Science and Technology*, vol. 101, 2014, p. 173-183.
- Shah D.U., Schubel P.J., Clifford M.J., Licence P., « Fatigue life evaluation of aligned plant fibre composites through S–N curves and constant-life diagrams », *Composites Science and Technology*, vol. 74, 2013, p. 139-149.
- Shaira M., Caractérisation non destructive de la transformation martensitique de l'acier 304L induite par déformation cyclique, Thèse de doctorat, Lyon, France, 2006.
- Sliseris J., Yan L., Kasal B., « Numerical modelling of flax short fibre reinforced and flax fibre fabric reinforced polymer composites », *Composites part B: engineering*, vol. 89, 2016, p. 143–154.
- Sreenivasan V.S., Rajini N., Alavudeen A., Arumugaprabu V., « Dynamic mechanical and thermo-gravimetric analysis of Sansevieria cylindrica/polyester composite: Effect of fiber length, fiber loading and chemical treatment », *Composites Part B: Engineering*, vol. 69, 2015, p. 76-86.
- Sullins T., Pillay S., Komus A., Ning H., « Hemp fiber reinforced polypropylene composites: The effects of material treatments », *Composites Part B: Engineering*, vol. 114, 2017, p. 15-22.
- Tan T.F., Dharan CKH. Cyclic Hysteresis Evolution as a Damage Parameter for Notched Composite Laminates. *Journal of Composite Materials*. Vol. 44, pp. 1977-1990, 2010.
- Thomas C., Étude des mécanismes d'endommagement des composites fibres de carbone / matrice polyamide : application à la réalisation de réservoirs de stockage de gaz sous haute pression de type IV, Thèse de doctorat, 2011.

- Thuault A., Approche multi-échelle de la structure et du comportement mécanique de la fibre de lin, Thèse de doctorat, Université de Basse-Normandie, Caen, 2011.
- Towo A.N., Ansell M.P., « Fatigue of sisal fibre reinforced composites: Constant-life diagrams and hysteresis loop capture », *Composites Science and Technology*, vol. 68, n° 3–4, 2008, p. 915–924.
- Timoshenko S.P., *Strength of Materials part 2 Advanced Theory and Problems.* 9th printing. van, Nostrand, 1947.
- Ungar E.E., Kerwin Jr E.M., «Loss factors of viscoelastic systems in terms of energy concepts », *the Journal of the Acoustical Society of America*, vol. 34, n° 7, 1962, p. 954–957.
- Venkateshwaran N., Elayaperumal A., «Banana fibre reinforced polymer composites A Review », *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 29, n° 10, 2010, p. 2387–2396.
- Venkateshwaran N., Elayaperumal A., Sathiya G., « Prediction of tensile properties of hybridnatural fiber composites », *Composite part B: Engineering*, vol. 43, 2012, p. 793–796.
- Whitacre R., Amiri A., Ulven C., « The effects of corn zein protein coupling agent on mechanical properties of flax fiber reinforced composites », *Industrial Crops and Products*, vol. 77, 2015, p. 232–238.
- Yan L., Chouw N., Jayaraman K., « Flax fibre and its composites—a review », *Composite part B: Engineering*, vol. 56, 2014a, p. 296–317.
- Yan L., Chouw N., Jayaraman K., « Lateral crushing of empty and polyurethane-foam filled natural flax fabric reinforced epoxy composite tubes », *Composite part B: Engineering*, vol. 63, 2014b, p. 15–26.
- Yan L., Su S., Chouw N., « Microstructure: flexural properties and durability of coir fibre reinforced concrete beams externally strengthened with flax FRP composites », *Composite part B: Engineering*, vol. 80, 2015, p. 343–354.
- Zhang Y., Li Y., Ma H., Yu Y., « Tensile and interfacial properties of unidirectional flax/glass fiber reinforced hybrid composites », *Composites Science and Technology*, vol. 88, 2013, p. 172–7.
- Zhang Z., Hartwig G., « Relation of damping and fatigue damage of unidirectional fibre composites », *International Journal of Fatigue*, vol. 24, N° 7, 2002, p. 713–718.

UNIVERSITE BRETAGNE SCIENCES LOIRE POUR L'INGENIEUR



Titre : Caractérisation mécanique et suivi par émission acoustique des mécanismes d'endommagement des composites à fibres hybrides lin/carbone.

Mots clés : Fibres de lin, Fibres de carbone, Composites hybrides, Propriétés mécaniques, Endommagement, Emission Acoustique, Comportement vibratoire.

Résumé : Durant ces dernières années, l'intérêt aux préoccupations écologiques et environnementales a entraîné le développement progressif des écocomposites comme une alternative à certains matériaux classiques. Dans ce cadre, l'utilisation de fibres naturelles comme renfort permet d'améliorer les performances environnementales des matériaux composites leurs propriétés ainsi que d'amortissement. Néanmoins, ces composites à fibres naturelles présentent des performances mécaniques moins intéressantes que celles des composites à fibres synthétiques. En s'insérant dans ce contexte, cette étude propose d'élaborer des structures composites à renfort hybrides constituées d'une résine époxyde associée à des fibres de lin et de carbone. L'objectif de cette hybridation est de trouver un compromis entre les propriétés mécaniques et dissipatives. Tout d'abord, le comportement en statique des composites à fibres de lin, fibres de carbone et fibres hybrides lin/carbone a été analysé. Les caractéristiques élastiques principales

d'un pli UD en contraintes planes sont ainsi déterminées .Par ailleurs, un suivi et une analyse des mécanismes d'endommagement ont été effectués au moyen de la technique d'émission associée acoustique à des observations microscopiques. Dans un souci de mieux répondre aux besoins industriels, le comportement des composites soumis aux essais de fatigue cyclique doit être étudié. Pour ce faire, le comportement en fatigue de ces matériaux à renforts non-hybrides et hybrides a été analysé sous sollicitations de traction et de flexion trois points. L'influence de l'hybridation sur la durée de vie en fatigue de ces composites a été établie et a permis de construire les courbes d'endurance. Enfin, une étude expérimentale et une modélisation par élément finis du comportement vibratoire des composites non-hybrides et hybrides ont été réalisées. Ainsi, le rôle des différentes fibres, de l'orientations des fibres, de l'hybridation avec d'empilement différentes séquences dans l'amortissement global en vibrations a été discuté.

Title : Mechanical characterization and acoustic emission monitoring of damage mechanisms of flax/carbon hybrid fiber composites.

Keywords : Flax fibers, Carbon fibers, Hybrid composites, Mechanical properties, Damage, Acoustic emission, Vibration behavior.

Abstract : In recent years, interest in ecological and environmental concerns has led to the gradual development of eco-composites as an alternative to some conventional materials. In this context, the use of natural fibers as reinforcement makes it possible to improve the environmental performance of the composite materials as well as their damping properties. Nevertheless, these natural fiber composites have lower mechanical performance than that of synthetic fiber composites. In this context, this study proposes to develop composite structures with hybrid reinforcement consisting of an epoxy resin associated with flax and carbon fibers. The objective of this hybridization is to find a compromise between the mechanical and dissipative properties. First, the static behavior of flax fiber, carbon fiber and flax/carbon hybrid composites was analyzed. The main elastic characteristics of a UD ply in plane stresses are thus determined. Moreover, a monitoring

and an analysis of the mechanisms of damage were carried out by means of the technique of acoustic emission associated with microscopic observations. In order to better meet industrial needs, the behavior of composites subjected to cyclic fatigue tests must be studied. In fact, the fatigue behavior of these materials with non-hybrid and hybrid reinforcements was analyzed under tensile stress three-point bending. The influence of and hybridization on the fatigue life of these composites has been established and has made it possible to construct the endurance curves. Finally, an experimental study and a finite element modeling of the vibratory behavior of non-hybrid and hybrid composites were carried out. Thus, the role of different fibers, fiber orientations, hybridization with different stacking sequences in overall vibration damping has been discussed.