



**HAL**  
open science

# Comportement à la rupture d'un composite à fibres végétales

Adem Alia

► **To cite this version:**

Adem Alia. Comportement à la rupture d'un composite à fibres végétales. Matériaux. Université de Lyon; Université Ferhat Abbas (Sétif, Algérie), 2020. Français. NNT : 2020LYSEI016 . tel-03078513

**HAL Id: tel-03078513**

**<https://theses.hal.science/tel-03078513v1>**

Submitted on 16 Dec 2020

**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.



# INSA



N° d'ordre NNT : 2020LYSEI016

## THESE de DOCTORAT DE L'UNIVERSITE DE LYON

Opérée au sein de

**L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon**

En cotutelle internationale avec

**L'Université Ferhat ABBAS Sétif 1**

**Ecole Doctorale N° 34**

**Ecole Doctorale Matériaux de Lyon**

**Spécialité / discipline de doctorat :**

**Génie des matériaux**

Soutenance prévue le 12/03/2020, par :

**Adem ALIA**

---

# Comportement à la rupture d'un composite à fibres végétales

---

Devant le jury composé de :

Touchard, Fabienne, Directrice de recherche, ENSMA-Poitiers  
Bezazi, Abderrezak, Professeur, Université 8 Mai 1945, Guelma  
Guillaumat, Laurent, Professeur, ENSAM-Angers  
Rokbi, Mansour, Maître de conférences HDR, Université de M'sila  
Godin, Nathalie, Maître de conférences HDR, INSA-Lyon  
Fantozzi, Gilbert, Professeur émérite, INSA-Lyon  
Osmani, Hocine, Professeur, Université de Sétif 1  
Reynaud, Pascal, Chargé de recherche CNRS (HDR), INSA-Lyon

Rapporteuse  
Rapporteur  
Examineur  
Examineur  
Co-encadrante  
Co-encadrant  
Directeur de thèse  
Co-directeur de thèse



## Département FEDORA – INSA Lyon - Ecoles Doctorales – Quinquennal 2016-2020

SIGLE	ECOLE DOCTORALE	NOM ET COORDONNEES DU RESPONSABLE
<b>CHIMIE</b>	<b><u>CHIMIE DE LYON</u></b> <a href="http://www.edchimie-lyon.fr">http://www.edchimie-lyon.fr</a> Sec. : Renée EL MELHEM Bât. Blaise PASCAL, 3e étage <a href="mailto:secretariat@edchimie-lyon.fr">secretariat@edchimie-lyon.fr</a> INSA : R. GOURDON	<b>M. Stéphane DANIELE</b> Institut de recherches sur la catalyse et l'environnement de Lyon IRCELYON-UMR 5256 Équipe CDFA 2 Avenue Albert EINSTEIN 69 626 Villeurbanne CEDEX <a href="mailto:directeur@edchimie-lyon.fr">directeur@edchimie-lyon.fr</a>
<b>E.E.A.</b>	<b><u>ÉLECTRONIQUE,</u></b> <b><u>ÉLECTROTECHNIQUE,</u></b> <b><u>AUTOMATIQUE</u></b> <a href="http://edeea.ec-lyon.fr">http://edeea.ec-lyon.fr</a> Sec. : M.C. HAVGOUDOUKIAN <a href="mailto:ecole-doctorale.eea@ec-lyon.fr">ecole-doctorale.eea@ec-lyon.fr</a>	<b>M. Gérard SCORLETTI</b> École Centrale de Lyon 36 Avenue Guy DE COLLONGUE 69 134 Écully Tél : 04.72.18.60.97 Fax 04.78.43.37.17 <a href="mailto:gerard.scorletti@ec-lyon.fr">gerard.scorletti@ec-lyon.fr</a>
<b>E2M2</b>	<b><u>ÉVOLUTION, ÉCOSYSTÈME,</u></b> <b><u>MICROBIOLOGIE, MODÉLISATION</u></b> <a href="http://e2m2.universite-lyon.fr">http://e2m2.universite-lyon.fr</a> Sec. : Sylvie ROBERJOT Bât. Atrium, UCB Lyon 1 Tél : 04.72.44.83.62 INSA : H. CHARLES <a href="mailto:secretariat.e2m2@univ-lyon1.fr">secretariat.e2m2@univ-lyon1.fr</a>	<b>M. Philippe NORMAND</b> UMR 5557 Lab. d'Ecologie Microbienne Université Claude Bernard Lyon 1 Bâtiment Mendel 43, boulevard du 11 Novembre 1918 69 622 Villeurbanne CEDEX <a href="mailto:philippe.normand@univ-lyon1.fr">philippe.normand@univ-lyon1.fr</a>
<b>EDISS</b>	<b><u>INTERDISCIPLINAIRE</u></b> <b><u>SCIENCES-SANTÉ</u></b> <a href="http://www.ediss-lyon.fr">http://www.ediss-lyon.fr</a> Sec. : Sylvie ROBERJOT Bât. Atrium, UCB Lyon 1 Tél : 04.72.44.83.62 INSA : M. LAGARDE <a href="mailto:secretariat.ediss@univ-lyon1.fr">secretariat.ediss@univ-lyon1.fr</a>	<b>Mme Sylvie RICARD-BLUM</b> Institut de Chimie et Biochimie Moléculaires et Supramoléculaires (ICBMS) - UMR 5246 CNRS - Université Lyon 1 Bâtiment Curien - 3ème étage Nord 43 Boulevard du 11 novembre 1918 69622 Villeurbanne Cedex Tel : +33(0)4 72 44 82 32 <a href="mailto:sylvie.ricard-blum@univ-lyon1.fr">sylvie.ricard-blum@univ-lyon1.fr</a>
<b>INFOMATHS</b>	<b><u>INFORMATIQUE ET</u></b> <b><u>MATHÉMATIQUES</u></b> <a href="http://edinfomaths.universite-lyon.fr">http://edinfomaths.universite-lyon.fr</a> Sec. : Renée EL MELHEM Bât. Blaise PASCAL, 3e étage Tél : 04.72.43.80.46 <a href="mailto:infomaths@univ-lyon1.fr">infomaths@univ-lyon1.fr</a>	<b>M. Hamamache KHEDDOUCI</b> Bât. Nautibus 43, Boulevard du 11 novembre 1918 69 622 Villeurbanne Cedex France Tel : 04.72.44.83.69 <a href="mailto:hamamache.kheddouci@univ-lyon1.fr">hamamache.kheddouci@univ-lyon1.fr</a>
<b>Matériaux</b>	<b><u>MATÉRIAUX DE LYON</u></b> <a href="http://ed34.universite-lyon.fr">http://ed34.universite-lyon.fr</a> Sec. : Stéphanie CAUVIN Tél : 04.72.43.71.70 Bât. Direction <a href="mailto:ed.materiaux@insa-lyon.fr">ed.materiaux@insa-lyon.fr</a>	<b>M. Jean-Yves BUFFIÈRE</b> INSA de Lyon MATEIS - Bât. Saint-Exupéry 7 Avenue Jean CAPELLE 69 621 Villeurbanne CEDEX Tél : 04.72.43.71.70 Fax : 04.72.43.85.28 <a href="mailto:jean-yves.buffiere@insa-lyon.fr">jean-yves.buffiere@insa-lyon.fr</a>
<b>MEGA</b>	<b><u>MÉCANIQUE, ÉNERGÉTIQUE,</u></b> <b><u>GÉNIE CIVIL, ACOUSTIQUE</u></b> <a href="http://edmega.universite-lyon.fr">http://edmega.universite-lyon.fr</a> Sec. : Stéphanie CAUVIN Tél : 04.72.43.71.70 Bât. Direction <a href="mailto:mega@insa-lyon.fr">mega@insa-lyon.fr</a>	<b>M. Jocelyn BONJOUR</b> INSA de Lyon Laboratoire CETHIL Bâtiment Sadi-Carnot 9, rue de la Physique 69 621 Villeurbanne CEDEX <a href="mailto:jocelyn.bonjour@insa-lyon.fr">jocelyn.bonjour@insa-lyon.fr</a>
<b>ScSo</b>	<b><u>ScSo*</u></b> <a href="http://ed483.univ-lyon2.fr">http://ed483.univ-lyon2.fr</a> Sec. : Véronique GUICHARD INSA : J.Y. TOUSSAINT Tél : 04.78.69.72.76 <a href="mailto:veronique.cervantes@univ-lyon2.fr">veronique.cervantes@univ-lyon2.fr</a>	<b>M. Christian MONTES</b> Université Lyon 2 86 Rue Pasteur 69 365 Lyon CEDEX 07 <a href="mailto:christian.montes@univ-lyon2.fr">christian.montes@univ-lyon2.fr</a>



# Résumé – Comportement à la rupture d'un composite à fibres végétales

L'objectif de cette thèse est la caractérisation du comportement mécanique et de l'endommagement d'un composite tissé jute/polyester. Les fibres végétales constituent en effet une alternative écologique intéressante à l'utilisation des fibres synthétiques, en particulier les fibres de verre qui sont les plus utilisées pour les pièces composites de grande diffusion. Le composite est développé au sein du laboratoire LMNM à l'IOMP, Sétif, Algérie. Deux orientations sont considérées :  $[0]_8$  et  $[+45/-45]_{2s}$ . La caractérisation mécanique est effectuée en traction et compression monotones ainsi qu'en fatigue cyclique. Les caractérisations mécaniques et microstructurales sont réalisées au sein du laboratoire MATEIS.

L'étude de l'endommagement des composites est réalisée en combinant cinq techniques : l'évolution des paramètres mécaniques via des essais cyclés et de fatigue, la microscopie, l'émission acoustique (EA), la corrélation d'images et la micro-tomographie RX. L'étude de l'évolution des paramètres mécaniques accompagnée de l'analyse globale de l'EA fournit des premiers indicateurs quant au développement de l'endommagement lors des essais. Les analyses microstructurales permettent d'identifier finement les différents mécanismes d'endommagement qui surviennent lors des sollicitations mécaniques (décohésions fibre/matrice, fissurations matricielles et rupture de fibres). Pour la segmentation des signaux d'émission acoustique en traction et en compression monotones, une classification non-supervisée est utilisée en mettant l'accent sur le choix des descripteurs et sur la labellisation des classes obtenues. Des essais de traction instrumentés par corrélation d'images ainsi que des essais de traction *in-situ* sous tomographe permettent d'identifier la chronologie d'apparition de l'endommagement. Ces résultats sont également utilisés pour labelliser les classes obtenues. Les signaux labellisés servent ensuite à créer des bibliothèques pour identifier la chronologie d'évolution des mécanismes d'endommagement en fatigue cyclique réalisée par classification supervisée.

Enfin, toutes ces analyses ont permis d'établir des scénarios d'endommagement pour les différents modes de sollicitations et pour les deux orientations. Il est ainsi possible de reconsidérer l'élaboration pour optimiser les propriétés mécaniques.



# Table des matières

<b>INTRODUCTION GENERALE.....</b>	<b>5</b>
<b>CHAPITRE I : ETAT DE L'ART .....</b>	<b>9</b>
<b>I. COMPOSITES A FIBRES VEGETALES .....</b>	<b>11</b>
<b>II. COMPOSITES A FIBRES DE JUTE .....</b>	<b>13</b>
II.1. <i>Structure et composition de la fibre de jute.....</i>	<i>13</i>
II.1.1. Macroscopique .....	13
II.1.2. Microscopique .....	14
II.2. <i>Propriétés physiques et mécaniques des fibres de jute.....</i>	<i>15</i>
II.3. <i>Extraction des fibres de jute et filage des fils.....</i>	<i>16</i>
II.4. <i>Le renfort tissé.....</i>	<i>16</i>
II.5. <i>Comportement mécanique des renforts de jute .....</i>	<i>17</i>
II.6. <i>Comportement mécanique des composites renforcés par des fibres de jute .....</i>	<i>18</i>
II.6.1. Comportement en traction .....	18
II.6.2. Facteurs influençant les propriétés mécaniques en traction monotone .....	20
II.6.2.1. Taux de renfort .....	20
II.6.2.2. Traitement des fibres .....	22
II.6.2.3. Vieillessement et absorption d'eau .....	23
II.6.3. Comportement en compression .....	24
II.6.4. Comportement en flexion .....	25
<b>III. COMPORTEMENT EN FATIGUE DES MATERIAUX COMPOSITES .....</b>	<b>25</b>
III.1. <i>Définition.....</i>	<i>25</i>
III.2. <i>Paramètres d'essais de fatigue.....</i>	<i>25</i>
III.3. <i>Courbe de Wöhler .....</i>	<i>26</i>
III.4. <i>Modélisation mathématique de la courbe S-N .....</i>	<i>27</i>
III.5. <i>Endommagement en fatigue des composites .....</i>	<i>29</i>
III.5.1. Evolution du module élastique sécant .....	30
III.5.2. Evolution de la déformation .....	31
III.5.3. Energie dissipée et frottement interne .....	31
III.6. <i>Fatigue des matériaux composites à fibres végétales .....</i>	<i>31</i>
III.7. <i>Paramètres influençant le comportement en fatigue des composites.....</i>	<i>34</i>
III.7.1. Fréquence de chargement $f$ .....	34
III.7.2. Rapport de charge $R$ .....	34
III.7.3. Architecture du renfort .....	35
III.7.4. Taux de fibres .....	36
III.7.5. Traitement des fibres .....	36
III.8. <i>Modes d'endommagement des matériaux composites en fatigue cyclique.....</i>	<i>36</i>
III.9. <i>Endommagement en fatigue des composites à fibres végétales.....</i>	<i>37</i>
<b>IV. CARACTERISATION DE L'ENDOMMAGEMENT PAR EMISSION ACOUSTIQUE.....</b>	<b>39</b>
IV.1. <i>Principe .....</i>	<i>39</i>
IV.2. <i>Localisation des sources d'EA .....</i>	<i>40</i>
IV.3. <i>Descripteurs des signaux d'émission acoustique .....</i>	<i>40</i>
IV.4. <i>Suivi de l'endommagement par émission acoustique .....</i>	<i>41</i>
IV.5. <i>Identification de la signature acoustique des mécanismes d'endommagement des composites par émission acoustique .....</i>	<i>44</i>
IV.6. <i>Labellisation des classes d'EA en approche non-supervisée et validation .....</i>	<i>47</i>

<b>V. SUIVI DE L'ENDOMMAGEMENT PAR DES ESSAIS IN-SITU .....</b>	<b>48</b>
V.1. <i>Micro-tomographie 3D aux rayons X.....</i>	48
V.2. <i>Corrélation d'images 2D.....</i>	49
<b>VI. SYNTHÈSE DE L'ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE.....</b>	<b>50</b>
<b>VII. OBJECTIF ET DEMARCHE DE L'ÉTUDE.....</b>	<b>51</b>
<b>CHAPITRE II : MATERIAUX ET METHODES.....</b>	<b>53</b>
<b>I. COMPOSITE JUTE/POLYESTER .....</b>	<b>55</b>
I.1. <i>Renfort.....</i>	55
I.2. <i>Matrice .....</i>	55
I.3. <i>Fabrication du composite.....</i>	56
I.4. <i>Propriétés physiques du composite .....</i>	56
I.5. <i>Caractérisation microstructurale du composite.....</i>	57
I.5.1. <i>Microscopie optique.....</i>	58
I.5.2. <i>Microscopie électronique à balayage .....</i>	58
I.5.3. <i>Micro-tomographie 3D aux rayons X.....</i>	59
<b>II. ESSAIS MECANIQUES.....</b>	<b>62</b>
II.1. <i>Caractérisation des constituants .....</i>	62
II.2. <i>Caractérisation du composite.....</i>	64
II.2.1. <i>Essais de traction et de compression monotones.....</i>	64
II.2.2. <i>Essais de traction et de compression cyclés .....</i>	65
II.2.3. <i>Fatigue cyclique .....</i>	66
<b>III. EMISSION ACOUSTIQUE .....</b>	<b>67</b>
III.1. <i>Système utilisé .....</i>	67
III.2. <i>Analyse des données d'émission acoustique .....</i>	68
III.2.1. <i>Analyse globale de l'endommagement.....</i>	68
III.2.2. <i>Identification de la signature acoustique des mécanismes d'endommagement par classification non supervisée .....</i>	70
III.2.3. <i>Analyse des mécanismes d'endommagement pas classification supervisée .....</i>	79
<b>IV. CORRELATION D'IMAGES 2D .....</b>	<b>80</b>
IV.1. <i>Dispositif expérimental.....</i>	80
IV.2. <i>Traitement des résultats .....</i>	81
<b>CHAPITRE III : CARACTERISATION MECANIQUE QUASI-STATIQUE DU COMPOSITE .....</b>	<b>83</b>
<b>I. ÉVOLUTION DES PROPRIÉTÉS MECANIQUES .....</b>	<b>85</b>
I.1. <i>Caractérisation mécanique des constituants du matériau composite .....</i>	85
I.1.1. <i>La matrice polyester .....</i>	85
I.1.2. <i>Fil de jute.....</i>	85
I.1.3. <i>Tissu de jute.....</i>	86
I.2. <i>Comportement en traction du composite.....</i>	87
I.2.1. <i>Propriétés mécaniques en traction monotone .....</i>	87
I.2.2. <i>Activité acoustique pour les essais de traction monotone .....</i>	88
I.2.3. <i>Evolution des propriétés mécaniques lors des essais de traction cyclée .....</i>	90
I.2.4. <i>Activité acoustique pour les essais de traction cyclée .....</i>	92
I.3. <i>Comportement en compression du composite .....</i>	96
I.3.1. <i>Propriétés mécaniques en compression monotone .....</i>	96
I.3.2. <i>Activité acoustique lors des essais de compression monotone.....</i>	99
I.3.3. <i>Evolution des propriétés mécaniques lors des essais de compression cyclée.....</i>	100
I.3.4. <i>Activité acoustique lors des essais de compression cyclée .....</i>	102
I.4. <i>Bilan de l'étude des propriétés mécaniques .....</i>	105

<b>II.</b>	<b>ANALYSES DE L'ENDOMMAGEMENT APRES RUPTURE.....</b>	<b>106</b>
II.1.	<i>Analyse de l'endommagement en traction monotone.....</i>	<i>106</i>
II.1.1.	Faciès de rupture des éprouvettes.....	106
II.1.2.	Identification des mécanismes d'endommagement en traction.....	106
II.1.3.	Caractérisation des endommagements en traction par $\mu$ -tomographie RX.....	108
II.2.	<i>Analyse de l'endommagement en compression.....</i>	<i>114</i>
II.2.1.	Faciès de rupture des éprouvettes.....	114
II.2.2.	Observation des endommagements par MEB.....	114
II.2.3.	Observation des endommagements en compression par $\mu$ -tomographie RX.....	117
II.3.	<i>Bilan de l'analyse de l'endommagement après rupture.....</i>	<i>118</i>
<b>III.</b>	<b>CORRELATION D'IMAGES EN TRACTION MONOTONE.....</b>	<b>120</b>
III.1.	<i>Validation de la procédure expérimentale.....</i>	<i>120</i>
III.2.	<i>Cartographies des déformations d'une éprouvette JP_0.....</i>	<i>120</i>
III.3.	<i>Cartographies des déformations d'une éprouvette JP_45.....</i>	<i>126</i>
III.4.	<i>Bilan de l'analyse des résultats de corrélation d'images.....</i>	<i>130</i>
<b>IV.</b>	<b>IDENTIFICATION DE LA CHRONOLOGIE DES MECANISMES D'ENDOMMAGEMENT.....</b>	<b>131</b>
IV.1.	<i>Résultats de la classification non-supervisée en traction monotone.....</i>	<i>131</i>
IV.1.1.	Sélection des descripteurs pour la structuration des données.....	131
IV.1.2.	Structuration des données d'EA.....	133
IV.1.3.	Caractéristiques et signatures acoustiques des classes.....	135
IV.1.4.	Activité acoustique et localisation des classes.....	138
IV.1.5.	Labellisation des classes.....	141
IV.1.5.1.	Essai de traction interrompue.....	141
IV.1.5.2.	Essais de traction <i>in-situ</i> sous $\mu$ -tomographe.....	142
IV.1.5.3.	Synthèse de la labellisation.....	149
IV.2.	<i>Proposition de scenario d'endommagement en traction monotone.....</i>	<i>151</i>
IV.3.	<i>Résultats de la classification non-supervisée en compression monotone.....</i>	<i>153</i>
IV.3.1.	Structuration des données et caractéristiques des classes.....	153
IV.3.2.	Labellisation des classes en compression monotone.....	155
IV.4.	<i>Proposition de scenario d'endommagement en compression monotone.....</i>	<i>156</i>
<b>V.</b>	<b>CONCLUSION DU CHAPITRE III.....</b>	<b>158</b>
<b>CHAPITRE IV : CARACTERISATION DU COMPOSITE EN FATIGUE CYCLIQUE.....</b>		<b>161</b>
<b>I.</b>	<b>DIAGRAMME DE DUREE DE VIE EN FATIGUE.....</b>	<b>163</b>
<b>II.</b>	<b>ANALYSE DE L'ENDOMMAGEMENT EN FATIGUE CYCLIQUE.....</b>	<b>165</b>
II.1.	<i>Evolution des paramètres mécaniques.....</i>	<i>165</i>
II.2.	<i>Analyse de l'endommagement par <math>\mu</math>-tomographie RX après rupture en fatigue.....</i>	<i>167</i>
II.3.	<i>Suivi de l'endommagement des composites en fatigue.....</i>	<i>173</i>
II.3.1.	Corrélation d'images.....	173
II.3.2.	$\mu$ -tomographie RX.....	177
II.3.3.	Emission acoustique.....	180
II.4.	<i>Identification de la cinétique d'évolution des mécanismes d'endommagement par EA..</i>	<i>184</i>
II.4.1.	Classification supervisée.....	184
II.4.2.	Relation entre l'évolution des paramètres mécaniques et celle des modes d'endommagement.....	187
<b>III.</b>	<b>SCENARIO D'ENDOMMAGEMENT DES COMPOSITES EN FATIGUE CYCLIQUE.....</b>	<b>190</b>
III.1.	<i>Composite JP_0.....</i>	<i>190</i>
III.2.	<i>Composite JP_45.....</i>	<i>194</i>
<b>IV.</b>	<b>CONCLUSION DE CHAPITRE IV.....</b>	<b>198</b>
<b>CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES.....</b>		<b>201</b>

<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....</b>	<b>207</b>
<b>TABLES DES ANNEXES .....</b>	<b>222</b>
<b>ANNEXE 1 : SCORE LAPLACIEN.....</b>	<b>223</b>
<b>ANNEXE 2 : IDENTIFICATION DE LA SIGNATURE ACOUSTIQUE DES RUPTURES DE FIBRES .....</b>	<b>226</b>
<b>ANNEXE 3 : SELECTION DES DESCRIPTEURS PERTINENTS EN COMPRESSION MONOTONE.....</b>	<b>228</b>

---

# Introduction générale

Les matériaux polymères renforcés par des fibres synthétiques, comme les fibres d'aramide, les fibres de carbone ou les fibres de verre sont très utilisés dans l'industrie dans divers domaines d'application, comme ceux de l'automobile, de la construction, de l'aéronautique, et des sports. Les fibres de verre sont les plus utilisées en raison de leur faible coût, leur facilité de production et de leurs bonnes propriétés mécaniques. Cependant, ces composites présentent quelques défauts quant au respect de l'environnement. En effet, peu de solutions écologiques existent de nos jours pour le recyclage de ces matériaux. De plus, la mise en œuvre de matériaux verre/polymère nécessite une importante quantité d'énergie. Ces constats ont incité les chercheurs à développer une alternative basée sur des matériaux composites élaborés avec des renforts issus de ressources naturelles renouvelables. Les meilleurs candidats jusqu'à présent sont les fibres végétales et plus particulièrement les fibres libériennes (jute, chanvre, lin, ramie, kéna). Ces dernières possèdent une faible densité, un faible coût et des propriétés mécaniques spécifiques qui concurrencent celles des fibres de verre.

Toutefois, les composites renforcés par des fibres végétales présentent quelques inconvénients qui limitent leurs utilisations dans le domaine industriel. En effet, les propriétés morphologiques et mécaniques des fibres sont variables d'une plante à une autre ainsi que dans une même plante. Un autre problème réside dans le caractère hydrophile de ces fibres qui tend à fragiliser les composites. Afin de limiter ces problèmes et d'optimiser les propriétés mécaniques de ces composites, il est tout d'abord nécessaire d'approfondir la connaissance de leur comportement et de leur tenue mécanique, notamment sous des chargements répétés (fatigue cyclique).

Beaucoup de travaux se sont intéressés à la caractérisation mécanique des composites renforcés par des fibres végétales. Un grand nombre d'entre eux concerne la caractérisation mécanique quasi-statique. En outre, l'effet du taux de fibres, du traitement des fibres et du vieillissement hygroscopique sur le comportement mécanique a été étudié. Cependant, relativement peu d'études se sont intéressées à la caractérisation de l'endommagement en fatigue des composites renforcés par des fibres végétales.

Afin de déterminer et de suivre le développement des mécanismes d'endommagement, un certain nombre de techniques ont été utilisées. On peut notamment citer le suivi de l'évolution des paramètres mécaniques, les observations microstructurales, l'émission

## ***INTRODUCTION GENERALE***

---

acoustique, la micro-tomographie à rayons X et la corrélation d'images. Généralement, ces techniques sont utilisées de manière individuelle et relativement peu d'études s'appuyant sur la combinaison de toutes ces techniques ont été réalisées. De plus, la majorité des travaux porte sur l'étude des composites à fibres longues de lin et de chanvre, et peu d'entre eux concernent les composites à fibres longues de jute.

Dans ce contexte, le choix du renfort pour cette étude s'est porté sur les tissus de jute. En effet, ces fibres présentent de bonnes propriétés mécaniques et sont relativement peu étudiées. En outre, l'Algérie est un producteur de tissus de jute et le développement d'une filière de composites renforcés par des fibres de jute permet ainsi la valorisation d'une ressource naturelle locale.

Ce travail de thèse s'inscrit dans le cadre d'une collaboration entre le laboratoire MATEIS de l'INSA de Lyon et le Laboratoire des Matériaux Non Métalliques de l'Université de Sétif 1. L'objectif de la thèse est la caractérisation de l'endommagement d'un composite tissé jute/polyester, dont le développement est en cours, sollicité en traction, compression monotones ainsi qu'en fatigue cyclique. Cette caractérisation est réalisée en utilisant une multi-instrumentation en mettant l'accent sur l'analyse des données d'émission acoustique et l'identification de la chronologie d'apparition des mécanismes d'endommagement via des essais *in-situ*.

Le manuscrit s'articule en quatre chapitres :

- Le premier chapitre a pour objectif d'établir un état de l'art des différentes thématiques et techniques abordées lors de cette étude. Les fibres de jute sont tout d'abord introduites avec une présentation de leur structure et composition chimique. Cette partie recense ensuite les principaux travaux réalisés sur les composites renforcés par des fibres de jute. Le comportement en fatigue des matériaux composites renforcés par des fibres végétales est également détaillé. Enfin, la technique de l'émission acoustique ainsi que les analyses permettant le suivi de l'endommagement des matériaux composites sont présentées.

- Le deuxième chapitre s'intéresse à la description des composites de l'étude, deux orientations sont considérées :  $[0]_8$  et  $[+45/-45]_{2s}$ . Il aborde également la description des principaux moyens expérimentaux utilisés lors de cette étude : les techniques microstructurales, la  $\mu$ -tomographie X, les essais mécaniques, l'émission acoustique et la corrélation d'images.

- Le troisième chapitre concerne la caractérisation mécanique et l'identification du scénario d'endommagement des composites sollicités en traction ou en compression monotones, en combinant plusieurs techniques. Ce chapitre est composé de quatre parties : la première se focalise sur l'identification des propriétés mécaniques de chaque constituant du matériau composite en traction quasi-statique. Il décrit aussi l'évolution des propriétés mécaniques ainsi que l'évolution globale de l'activité acoustique des composites sollicités en traction et compression cyclées. La deuxième partie est consacrée à l'analyse approfondie des différents mécanismes d'endommagement qui entrent en jeu lors de ces sollicitations (par microscopie et par  $\mu$ -tomographie X). La troisième partie présente les résultats de la corrélation d'images obtenus sur les composites en traction monotone. La dernière partie présente les analyses statistiques multi-variables mises en place afin de structurer les données d'émission

## ***INTRODUCTION GENERALE***

---

acoustique en classes, ainsi que toute la méthodologie suivie pour attribuer ces classes aux mécanismes d'endommagement correspondants. Un scénario d'endommagement pour chaque type de sollicitation et pour chaque composite est finalement proposé.

- Le dernier chapitre de ce manuscrit est consacré à la caractérisation en fatigue cyclique des composites tissu de jute/polyester. Les diagrammes des durées de vie des composites sont tout d'abord établis. Puis une analyse de l'endommagement est réalisée via les mesures des paramètres mécaniques lors de chaque cycle de fatigue, l'émission acoustique, et des essais suivis par corrélation d'images et par  $\mu$ -tomographie X afin d'identifier les mécanismes d'endommagement et les relier à ceux mis en évidence pour les chargements monotones. La cinétique d'évolution des différents mécanismes d'endommagement lors des essais de fatigue est déterminée en effectuant une classification supervisée des signaux d'émission acoustique basée sur les résultats obtenus en traction monotone. La bibliothèque de signaux est créée à partir des signaux labellisés en traction monotone. Comme pour les essais quasi-statiques, un scénario d'endommagement en fatigue est proposé pour chaque type de composite.

Enfin, les différents résultats sont synthétisés dans la conclusion générale, qui propose également un certain nombre de perspectives.



---

# Chapitre I

## Etat de l'Art

<b>I. COMPOSITES A FIBRES VEGETALES.....</b>	<b>11</b>
<b>II. COMPOSITES A FIBRES DE JUTE .....</b>	<b>13</b>
II.1. STRUCTURE ET COMPOSITION DE LA FIBRE DE JUTE.....	13
II.2. PROPRIETES PHYSIQUES ET MECANQUES DES FIBRES DE JUTE.....	15
II.3. EXTRACTION DES FIBRES DE JUTE ET FILAGE DES FILS.....	15
II.4. LE RENFORT TISSE .....	16
II.5. COMPORTEMENT MECANIQUE DES RENFORTS DE JUTE .....	17
II.6. COMPORTEMENT MECANIQUE DES COMPOSITES RENFORCES PAR DES FIBRES DE JUTE .....	18
<b>III. COMPORTEMENT EN FATIGUE DES MATERIAUX COMPOSITES.....</b>	<b>25</b>
III.1. DEFINITION .....	25
III.2. PARAMETRES D'ESSAIS DE FATIGUE .....	25
III.3. COURBE DE WÖHLER .....	26
III.4. MODELISATION MATHEMATIQUE DE LA COURBE S-N.....	27
III.5. ENDOMMAGEMENT EN FATIGUE DES COMPOSITES.....	29
III.6. FATIGUE DES MATERIAUX COMPOSITES A FIBRES VEGETALES.....	31
III.7. PARAMETRES INFLUENÇANT LE COMPORTEMENT EN FATIGUE DES COMPOSITES .....	34
III.8. MODES D'ENDOMMAGEMENT DES MATERIAUX COMPOSITES EN FATIGUE CYCLIQUE .....	36
III.9. ENDOMMAGEMENT EN FATIGUE DES COMPOSITES A FIBRES VEGETALES .....	37
<b>IV. CARACTERISATION DE L'ENDOMMAGEMENT PAR EMISSION ACOUSTIQUE .....</b>	<b>39</b>
IV.1. PRINCIPE .....	39
IV.2. LOCALISATION DES SOURCES D'EA.....	40
IV.3. DESCRIPTEURS DES SIGNAUX D'EMISSION ACOUSTIQUE.....	40
IV.4. SUIVI DE L'ENDOMMAGEMENT PAR EMISSION ACOUSTIQUE .....	41
IV.5. IDENTIFICATION DE LA SIGNATURE ACOUSTIQUE DES MECANISMES D'ENDOMMAGEMENT DES COMPOSITES PAR EMISSION ACOUSTIQUE .....	44
IV.6. LABELLISATION DES CLASSES D'EA ET VALIDATION.....	47
<b>V. SUIVI DE L'ENDOMMAGEMENT PAR DES ESSAIS IN-SITU .....</b>	<b>48</b>
V.1. MICRO-TOMOGRAPHIE 3D AUX RAYONS X.....	48
V.2. CORRELATION D'IMAGES 2D.....	49
<b>VI. SYNTHESE DE L'ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE .....</b>	<b>50</b>
<b>VII. OBJECTIF ET DEMARCHE DE L'ETUDE .....</b>	<b>51</b>

Ce chapitre a pour objectif de proposer une revue de l'état de l'art des principales thématiques abordées lors de cette étude. Dans un premier temps, une introduction sur les composites à fibre végétales est abordée.

La deuxième partie s'intéresse à la description des fibres de jute avec une présentation de leur structure, leur composition chimique ainsi que leurs propriétés physiques et mécaniques. Un état de l'art sur les principaux travaux réalisés sur les composites renforcés par des fibres de jute sous sollicitation quasi-statique est également présenté dans cette partie.

La troisième partie traite de la fatigue cyclique des matériaux composites. Les différentes méthodes de détermination de la courbe de durée de vie ainsi que le suivi de l'endommagement des composites en fatigue sont présentés.

La quatrième partie est consacrée à l'émission acoustique (EA). Dans un premier temps, la technique d'EA est décrite. Les méthodes d'analyses d'EA sont ensuite présentées : l'analyse globale de l'activité acoustique via les indicateurs d'endommagement et les analyses basées sur les méthodes de reconnaissance de formes non supervisées et supervisées.

La cinquième partie aborde le suivi de l'endommagement via des essais *in-situ*. Dans celle-ci la technique de la micro-tomographie à rayons X ainsi que la corrélation d'images sont présentées.

Enfin, dans la sixième partie de ce chapitre, une synthèse bibliographique est présentée en mettant en lumière les principaux points qui ressortent de l'étude de l'état de l'art. Basée sur ces constats, la méthodologie suivie pour la détermination du scénario d'endommagement d'un composite tissé jute/polyester est ensuite présentée.

## I. Composites à fibres végétales

Un matériau composite est défini comme étant l'assemblage de deux matériaux non miscibles, la matrice et le renfort. Le renfort est l'armature reprenant l'essentiel des efforts mécaniques. En général, il possède des caractéristiques plus élevées que celles de la matrice. Il assure principalement la rigidité du matériau composite.

Les renforts peuvent être classés selon leurs formes (fibres ou particules), leur nature (verre, carbone, métal, naturelles), et selon leur arrangement (mat ou tissus, etc). Dans l'industrie, les fibres continues sont les renforts les plus utilisés. La figure I.1 présente les principaux types des renforts fibreux utilisés dans les composites.

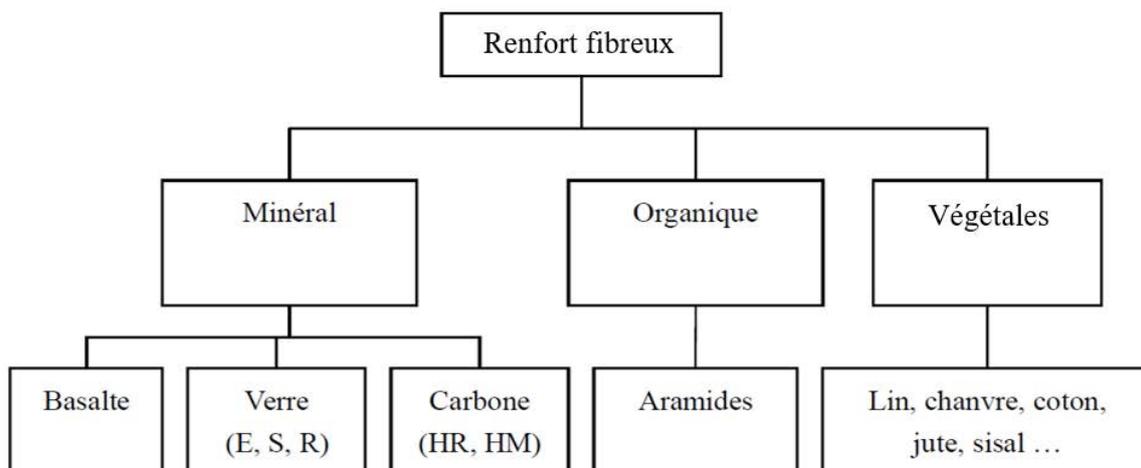


Figure I.1. Principaux types de renforts utilisés pour les matériaux composites [1].

La matrice a pour rôle de transmettre les efforts mécaniques aux renforts, leur maintien dans une orientation donnée et aussi leur protection vis-à-vis des diverses conditions environnementales [2]. Les matrices organiques sont les plus utilisées dans l'industrie. Les résines les plus répandues sont les thermodurcissables et les thermoplastiques. Les premières, se polymérisent et se transforment en matrice infusible empêchant leur recyclage. Les thermoplastiques, par contre, se ramollissent d'une façon répétée sous l'action de la chaleur. Les thermodurcissables possèdent en général des propriétés mécaniques plus élevées que celles des thermoplastiques [2].

Pour des raisons de performances et de coût, les fibres de verre sont les plus utilisées dans les composites de grande diffusion. De nombreux travaux ont montré que ces fibres possèdent des bonnes propriétés mécaniques [3-4]. Notons que les fibres de carbone, possèdent des propriétés plus élevées que celles des fibres de verre [5] et sont plus utilisées dans les composites à hautes performances.

Au cours de ces dernières années, les fibres naturelles prennent un intérêt scientifique important en raison de leur abondance et de leurs avantages écologiques. La figure I.2 présente les principaux types de fibres naturelles. Les fibres végétales sont les plus utilisées pour la production des matériaux composites. Elles peuvent être classées suivant l'organe de la plante dont elles sont issues [6].

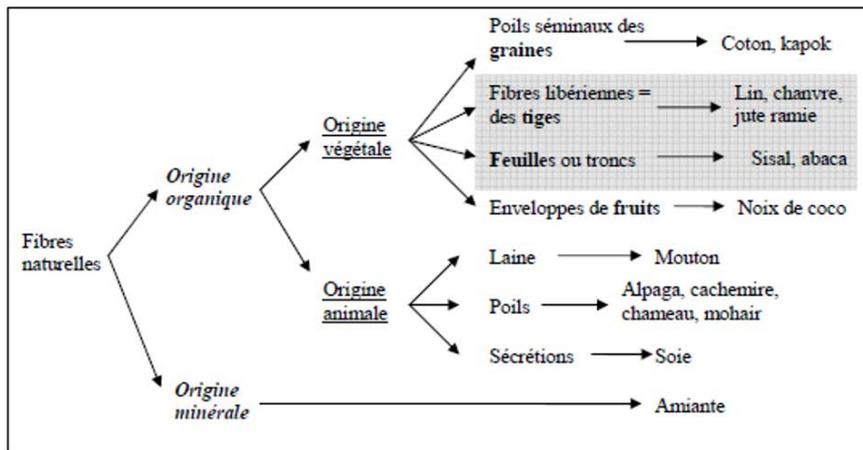
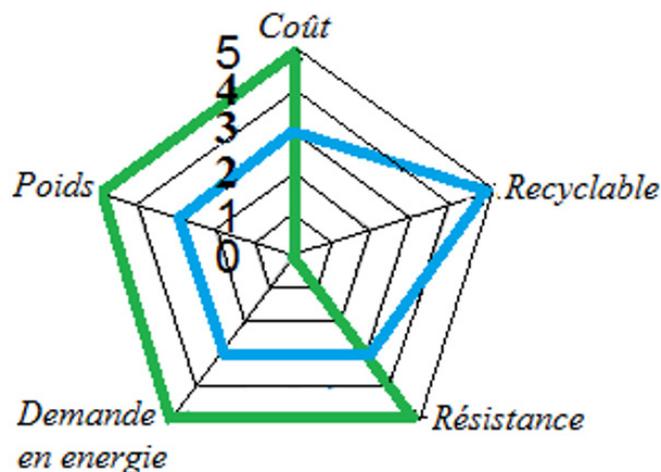


Figure I.2. Principaux types de fibres naturelles [6].

En comparant les fibres végétales aux fibres de verre (figure I.3), elles offrent plusieurs avantages tels que :

- Un faible coût de production
- L'abondance et la biodégradabilité
- Un recyclage facile
- Une faible demande en énergie pour la production
- Une bonne isolation thermique et électrique
- Un rapport résistance / poids élevé



— Fibres de verre — Fibres naturelles

Figure I.3. Comparaison des fibres végétales et des fibres de verre.

Cependant, ces fibres présentent également quelques inconvénients et nécessitent des traitements spécifiques par rapport :

- A la bonne adhésion fibre/matrice
- A l'homogénéité des propriétés des fibres
- A l'hydrophilie

D'une manière générale, l'utilisation des fibres végétales comme renfort des composites se justifie par la valorisation des ressources locales et le développement des matériaux et des technologies prenant en compte l'impact sur l'environnement [6]. Les fibres naturelles sont des matériaux de qualité qui se fabriquent et se recyclent naturellement depuis des milliers d'années. Dans cet esprit, on envisage donc de substituer les fibres de verre par des fibres végétales non seulement pour des raisons économiques mais aussi pour l'aspect écologique qu'elles présentent.

En France, les fibres de lin et de chanvre présentent un grand intérêt en raison de leur abondance. La majorité des études sont menées sur ces deux types de fibres ainsi que leurs composites [7-23]. Dans les zones équatoriales et les zones tropicales, les fibres de jute [24-35] de kénaf [36] et de sisal [37] sont les plus étudiées.

## II. Composites à fibres de jute

Le jute est une fibre cellulosique classée dans la catégorie des fibres libériennes, sa culture est presque aussi ancienne que la civilisation humaine. C'est une plante herbacée annuelle cultivée principalement en Asie du Sud et du Sud-Est. Elle mesure 3 à 4 mètres de hauteur. Les fibres de jute sont extraites des tiges de deux espèces végétales de la famille des Tiliacées : *Chorchorosolitorius* et *Chorchoruscapsularis* [38].

### II.1. Structure et composition de la fibre de jute

#### II.1.1. Macroscopique

La fibre de jute est une fibre multicellulaire [38]. Dans la plante de jute, la fibre est en forme de gaine cylindrique constituée de fibres élémentaires (cellule ultime) réunies de manière à former un réseau tridimensionnel de haut en bas de la tige (figure I.4). Les fibres élémentaires sont reliées entre elles latéralement et longitudinalement au moyen d'une matière intercellulaire (lignine), dont la composition est principalement non cellulosique. Les sections transversales des fibres se révèlent polygonales avec des coins arrondis (figure I.5). La couche de la gomme naturelle reliant les fibres élémentaires est connue sous le nom de « lamelle moyenne » [35, 38].

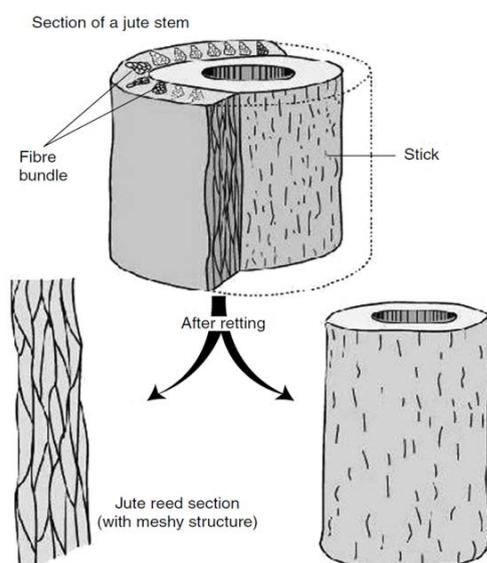


Figure I.4. Séparation d'une tige de jute en réseaux de fibre et en bâton [38].

### II.1.2. Microscopique

La figure I.5 schématise la structure de la fibre de jute. Elle se compose principalement de trois parties. De l'extérieur vers le centre de la fibre, on distingue la paroi cellulaire primaire (mince) suivie de la paroi secondaire (épaisse) et d'un canal débouchant, appelé lumen. Les deux parois cellulaires sont constituées de microfibrilles de cellulose. Elles sont les éléments de base des fibres végétales et se distinguent par leur épaisseur et leur architecture moléculaire. Dans la paroi primaire, les fibrilles se croisent. En revanche, elles sont presque parallèles comme des spirales droites dans la paroi secondaire. Dans la fibre de jute, les fibrilles sont disposées en spirale droite avec un angle d'orientation de 7-9° par rapport à l'axe de la cellule [38]. Les fibres de jute contiennent essentiellement de la cellulose, de l'hémicellulose, de la lignine, de la pectine et d'autres matières cireuses. Le tableau I.1 présente la composition chimique de la fibre de jute selon plusieurs auteurs. La cellulose constitue l'élément le plus prépondérant des fibres de jute, ce qui leur confère de bonnes propriétés mécaniques [31].

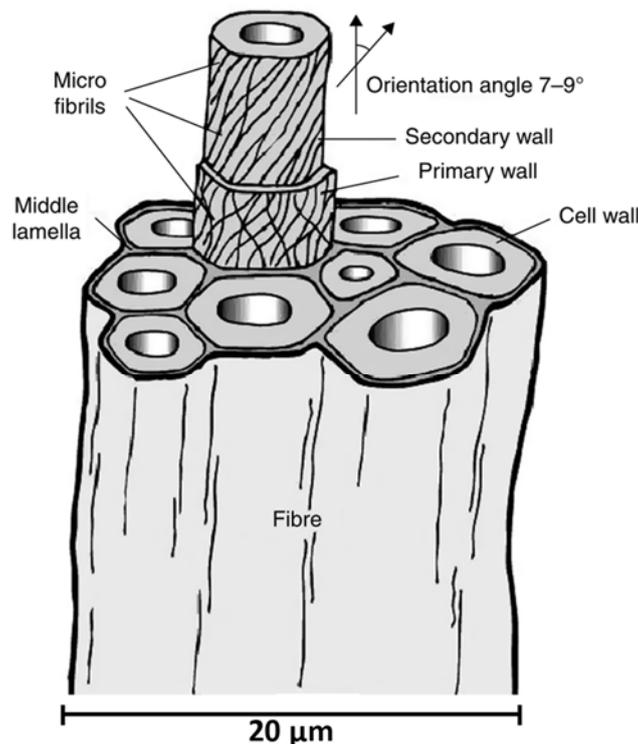


Figure I.5. Morphologie de la fibre de jute: microstructure [38].

L'orientation des microfibrilles au sein des parois cellulaires confère aux fibres végétales les caractéristiques structurales les plus importantes. Leur inclinaison par rapport à l'axe de la fibre influe fortement sur les propriétés mécaniques de cette dernière. Plus l'angle d'inclinaison est faible meilleures sont les propriétés mécaniques de la fibre. Dans la fibre de jute, les fibrilles sont disposées en spirale droite avec un angle d'orientation de 7-9° par rapport à l'axe de la cellule [38]. Les fibres de jute contiennent essentiellement de la cellulose, de l'hémicellulose, de la lignine, de la pectine et d'autres matières cireuses. Le tableau I.1 présente la composition chimique de la fibre de jute selon plusieurs auteurs. La cellulose constitue l'élément le plus prépondérant des fibres de jute, ce qui leur confère de bonnes propriétés mécaniques [31].

Tableau I.1. Composition chimique de la fibre de jute.

Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Lignine (%)	Pectine (%)	Source
61-71	13.6-20.4	12-13	~0.2	[39]
61-71.5	13.6-20.6	12-13	2.3	[40]
61-71.5	12-13	13.6-20.4	0.2	[41]
61	20.4	13	-	[42]
45-63	-	12-25	4-10	[43]
71	14	17	-	[44]
61-71	14-20	12-13	-	[24]
61-63	13.0	5-13	-	[45]
61-71	14-20	12-13	-	[46]

## II.2. Propriétés physiques et mécaniques des fibres de jute

Les caractéristiques des fibres de jute sont présentées dans le tableau I.2. La longueur peut varier de 1 à 4 m pour un diamètre d'environ 20  $\mu\text{m}$  [47]. La teneur en cellulose est de 67% conférant une rigidité dépassant les 20 GPa pour certaines variétés de jute. La résistance en traction est très variable montrant la forte dispersion des propriétés mécaniques des fibres de jute. Cette dispersion est due d'une part à des facteurs naturels tels que les conditions climatiques, la saison de récolte et d'autre part à des facteurs humains tels que la mesure de section.

Tableau I.2. Propriétés de la fibre de jute.

Résistance en traction (MPa)	Module de Young (GPa)	Déformation à rupture (%)	Longueur (cm)	Diamètre (cm)	Densité ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	Source
393-773	26,5	1,5-1,8	-	-	1,3	[46]
460-553	2,5-13	1,16	150-360	0,005-0,028	1,3	[47]
393-773	2,5-26,5	1-2	-	0,0025-0,02	1,3-1,45	[48]
400-800	10-30	1,5-1,8	-	-	1,46	[49]
393	55	1,5-1,8	-	-	1,6	[43]
394	55	-	-	0,001	-	[41]
300-700	20-50	1,6-4,0	-	-	1,3	[50]
393-773	26,5	1,5-1,8	-	-	1,3	[51]
393	55	-	-	-	1,3	[52]

## II.3. Extraction des fibres de jute et filage des fils

La première étape consiste à récolter les plantes de jute. La période de récolte est estimée selon l'âge des plantes, leurs tailles et leurs stades de floraison. En général, il faut 110 à 120 jours avant de cueillir les plantes [25] [38]. Cette étape est très importante pour la qualité des fibres et nécessite une certaine expérience. La récolte avant la floraison, donne une fibre de jute faible, par contre, si la récolte est retardée, les fibres deviennent grossières et perdent leur éclat.

Après la récolte, les plantes sont triées en fonction de leur taille et de leur diamètre puis liées en paquets. Ces derniers sont ensuite mis en position verticale pour une période de 3 jours pour la défoliation puis transportés vers des étangs d'eau pour effectuer le rouissage.

Le rouissage est une méthode d'extraction traditionnelle des fibres. Elle consiste à plonger les tiges de jute dans un bain d'eau contenant des bactéries spéciales pendant 18 jours environ. Cette opération permet la dissolution de la lignine entourant les faisceaux de fibres. Les fibres sont ensuite extraites manuellement [38]. Le rouissage est une étape critique qui détermine en grande partie la qualité de la fibre. Si la tige est retirée trop tôt de l'eau, l'extraction de la fibre devient très difficile. En contrepartie, si le rouissage dure longtemps, la fibre s'affaiblit et perd de ses performances.

Après l'extraction des fibres, un processus de lavage est effectué en utilisant une eau propre afin d'éliminer tous les résidus et saletés du rouissage. Les fibres sont ensuite séchées au soleil sur des supports en bambou durant une période de 7 jours [25].

Une fois séchées, les fibres sont peignées et démêlées afin de les rendre parallèles pour le filage. Cette dernière opération se fait par torsion des filaments de jute de façon à ce qu'ils restent solidaires.

Les fils obtenus présentent une structure hélicoïdale, et se composent d'un grand nombre de fibres de jute enroulées en spirales formant un angle avec l'axe du fil. Cet angle dépend de la méthode de filage utilisée. Le fil est caractérisé par son titre  $t$ , le tex qui est l'unité de mesure de la masse linéique des fils : 1 tex représente la masse, exprimée en gramme, de 1000 m de fil [53].

#### **II.4. Le renfort tissé**

Le tissu est constitué de fils continus orientés suivant deux directions : une direction chaîne et une direction trame. Les fils de trame passent successivement au-dessus et au-dessous des fils de chaîne suivant une séquence préétablie [2]. Lorsque le nombre de fibres dans le sens chaîne et trame sont identiques, on parle de tissu équilibré. Les renforts tissés peuvent se décliner en plusieurs architectures de tissu, comme le taffetas, le sergé et le satin. Les propriétés mécaniques d'un composite tissé sont largement dépendantes de l'architecture du tissu employé [54].

Les renforts tissés présentent plusieurs avantages par rapport aux stratifiés. En effet, même sans imprégnation des tissus, ces derniers peuvent être transportés, stockés puis drapés dans le moule. Cela facilite leur utilisation et permet d'employer des techniques de mise en forme comme le moulage en contact.

Plus généralement, les composites tissés présentent une bonne tolérance aux défauts (trous et entailles). Xiao *et al.* [55] ont étudié le comportement en fatigue d'un composite tissé verre/époxy dans le cas d'éprouvettes saines ou trouées. Cette étude a montré qu'en normalisant la contrainte maximale de fatigue par la contrainte à rupture de l'éprouvette, les courbes de Wöhler du matériau sain ou perforé sont superposées. De plus, pour les deux types de matériaux, il est montré que la contrainte résiduelle après  $10^6$  cycles est systématiquement égale

à 39% de la contrainte à rupture du matériau. De même, la présence de trou ne précipite pas la ruine du matériau en fatigue.

## II.5. Comportement mécanique des renforts de jute

Peu de travaux se sont intéressés au comportement mécanique du renfort de jute [25,56-58]. Gowda *et al.* [25] ont fait des essais de traction sur des fils et des tissus de jute d'une longueur de jauge de 200 mm et avec une vitesse de sollicitation de  $1,3 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$ . Ils ont montré que le fil présente un comportement non linéaire au début de l'essai. Cette non linéarité est due au réalignement des fibres. Ensuite, le comportement devient linéaire jusqu'à la rupture. La rupture du fil est brutale, alors que celle du tissu s'effectue d'une manière progressive. Dans le cas des tissus, chaque fil peut s'étirer et se rompre individuellement lorsque la contrainte de rupture est atteinte.

Bourahli [57] lors d'essais de traction monotone sur des fils issus de tissus de jute dans les deux sens trame et chaîne, ont observé le même comportement que Gowda *et al.* [25]. Ce comportement se manifeste aussi bien dans le sens chaîne que dans le sens trame (figure I.6). La seule différence réside dans le niveau de la charge à la rupture. Cette dernière est de l'ordre de 50 N pour les fils sens chaîne et 40 N suivant le sens trame. La différence enregistrée entre les deux sens (chaîne et trame) est due essentiellement à la variation du diamètre et au mode de tissage de l'écheveau. Le tableau I.3 résume les principales propriétés mécaniques du renfort de jute.

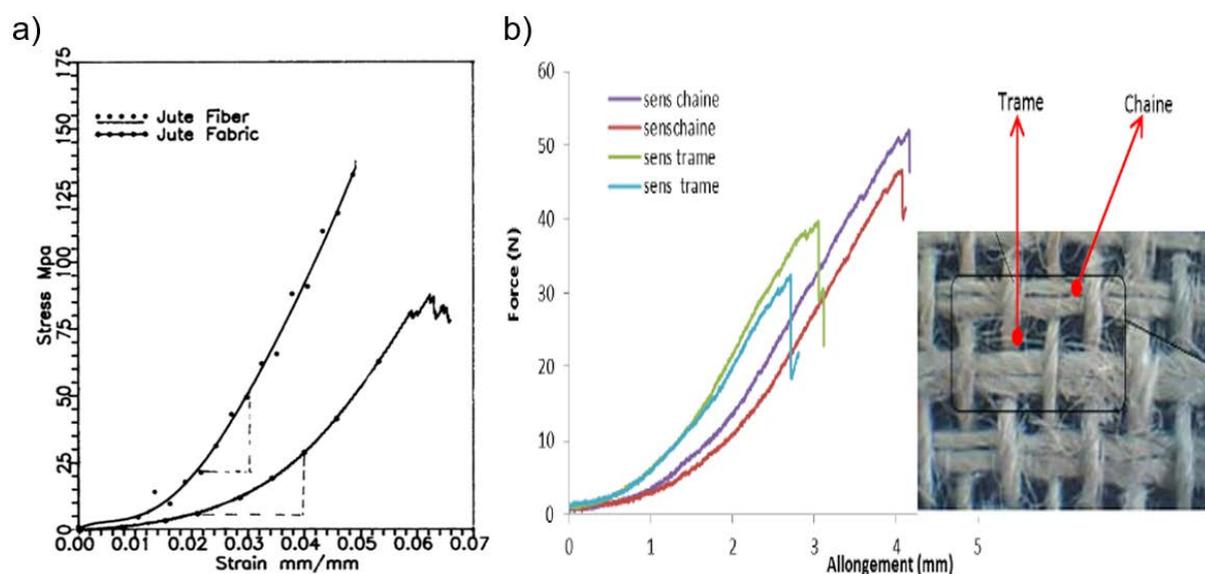


Figure I.6. Courbes de traction obtenues sur le fil et le tissu de jute. a) travaux de Gowda *et al.* [25] ; b) travaux de Bourahli [57].

Tableau I.3. Propriétés mécaniques du renfort de jute.

	Module de Young (GPa)	Contrainte à rupture (MPa)	Déformation à rupture (%)	Source
Fil de jute sens chaîne	10,3 ± 0,1	267,7 ± 75,1	4 ± 0,2	Bourahli [57]
	3,75	120	/	Gowda <i>et al.</i> [25]
Fil de jute sens trame	11,8 ± 1,4	247,2 ± 64,8	2,9 ± 0,3	Bourahli [57]
Tissu de jute sens chaîne	0,8	85	/	Gowda <i>et al.</i> [25]
	/	56,81 ± 5	10,37 ± 0,1	Bouguessir <i>et al.</i> [58]
Tissu de jute sens trame	/	89,2 ± 5,58	5,16 ± 0,19	Bouguessir <i>et al.</i> [58]

## II.6. Comportement mécanique des composites renforcés par des fibres de jute

Les renforts en fibres de jute destinés à la fabrication de matériaux composites se présentent suivant quatre formes : des mats [59-63], des unidirectionnels (fils longs) [27, 30] [64-67], des fibres courtes dont la longueur est de quelques millimètres [68-72] et enfin sous forme de tissu [25, 29, 51, 73-82]. On recense de nombreux travaux sur la caractérisation mécanique de composites renforcés par des fibres de jute imprégnées par des matrices thermodurcissables [25-28, 72, 75], thermoplastiques [64, 65, 51, 74], hybrides [83] et biodégradables [41, 84, 77, 85]. De nombreux travaux se sont intéressés à l'effet du traitement des fibres pour l'amélioration des propriétés mécaniques des composites à fibres de jute [51, 61, 64, 76, 78] et aussi au comportement mécanique de composites hybrides (deux types de fibres) [29, 63, 68, 75, 79-81, 86].

### II.6.1. Comportement en traction

Le comportement en traction monotone des composites à matrice polymère renforcés par des fibres de jute est le plus étudié. En effet, la contrainte à rupture en traction, le module de Young et la déformation à rupture présentent de bons indicateurs quant aux performances du matériau composite. Ils permettent également la mesure de l'influence de différents paramètres tels que l'effet du taux de fibre, l'effet du traitement des fibres, l'effet du vieillissement, etc.

La résistance à la traction des composites dépend principalement de la résistance et du module des fibres. Khondker *et al.* [87] ont étudié le comportement en traction d'un composite unidirectionnel jute/polypropylène avec une fraction massique de 50 % de fibres. L'étude a révélé que la résistance à la traction et le module du composite sont respectivement 285% et 388% plus élevés que ceux de la résine polypropylène seule.

Gowda *et al.* [25], ont étudié le comportement mécanique d'un composite tissu de jute/polyester en traction monotone dans le sens trame et dans le sens chaîne et ont remarqué que ce dernier présente une allure non linéaire (figure I.7). La courbe de traction est divisée en trois parties distinctes. La première partie linéaire au début de l'essai est associée au

comportement élastique du composite. La seconde partie présente une petite déviation de la linéarité causée par l'amorçage des fissurations matricielles. Enfin le comportement devient non-linéaire jusqu'à la rupture traduisant l'évolution et le développement de l'endommagement. Il est constaté que la résistance à la traction et le module apparent dans le sens chaîne sont presque 5 fois supérieurs à la résistance et au module de la résine polyester seule et 2 fois supérieurs à ceux du stratifié transversal. Les propriétés mécaniques dans le sens chaîne sont plus élevées que celles dans le sens trame. Cela est lié au fait qu'il y a plus de fils dans le sens chaîne.

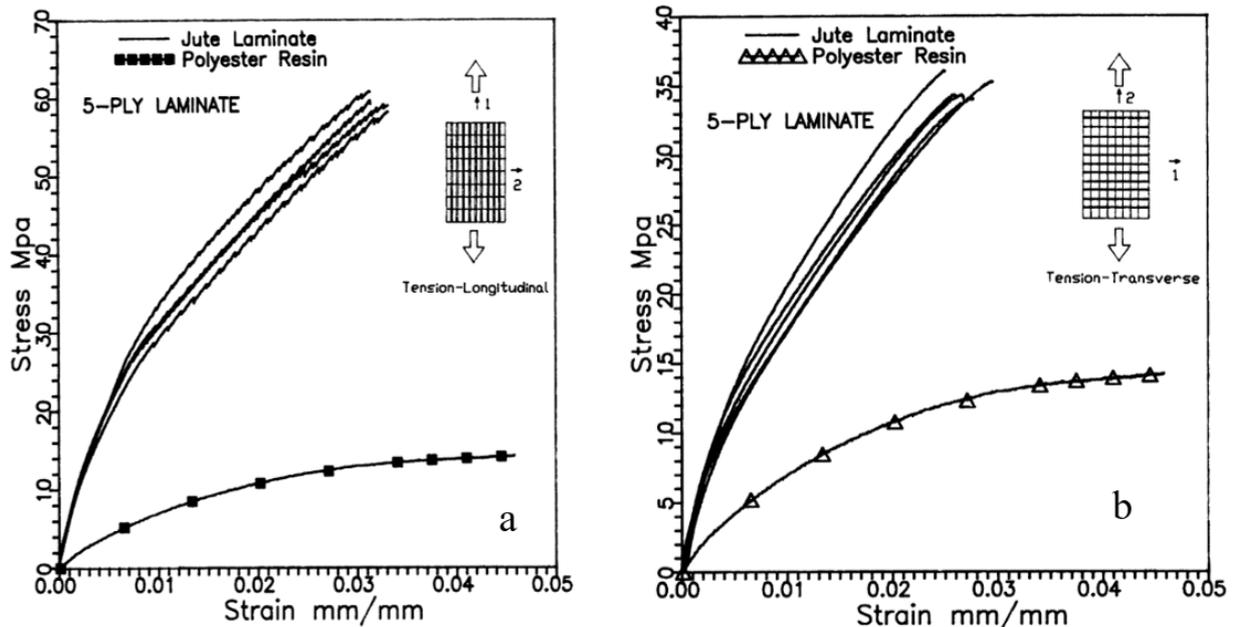


Figure I.7. Courbes de traction d'un composite jute/polyester. a) sens chaîne, b) sens trame [25].

Hossain *et al.* [30] ont étudié le comportement en traction monotone d'un composite unidirectionnel jute/époxy avec une fraction volumique des fibres de 25%. Ils ont considéré trois orientations 0/0/0/0, 0/+45/-45/0 et 0/90/90/0. Les résultats ont montré que le comportement du composite est contrôlé par les fibres. Dans le sens longitudinal, les contraintes à rupture pour le 0/0/0/0 et pour le 0/+45/-45/0 sont supérieures à celle du 0/90/90/0. Dans le sens transverse, le composite 0/90/90/0 possède les mêmes propriétés que celles dans le sens longitudinal. Une grande différence entre la contrainte à rupture théorique (272,4 MPa) calculée à partir de la loi des mélanges et celle expérimentale (112,7 MPa) est soulignée pour le composite 0/0/0/0. Les auteurs expliquent cela par la présence de défauts dans les fibres de jute, et par la faiblesse de l'interface fibre/matrice qui entraînent la rupture précoce du matériau. L'analyse des faciès de rupture (figure I.8) a permis aux auteurs d'expliquer le comportement des composites 0/0/0/0 testés dans le sens longitudinal, les fissures matricielles apparaissent en premier suivies par les décohésions fibre/matrice et enfin la rupture des fibres de jute.

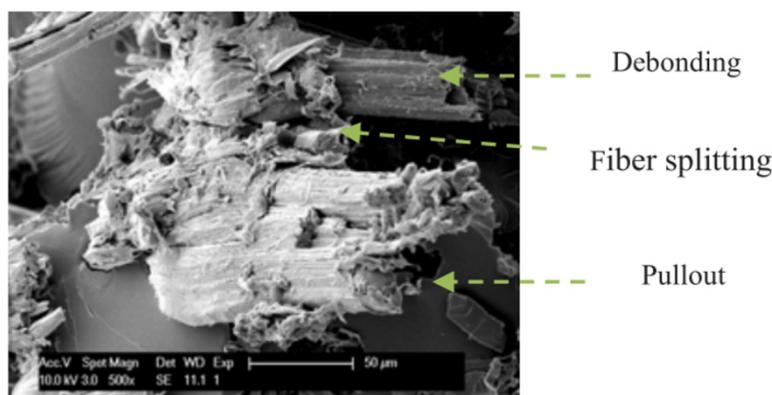


Figure I.8. Facies de rupture du composite [30].

## II.6.2. Facteurs influençant les propriétés mécaniques en traction monotone

Plusieurs paramètres tels que la forme du renfort, leur taux et leur arrangement (mat, tissé, unidirectionnel) peuvent influencer le comportement mécanique des composites. Les ordres de grandeur de quelques propriétés mécaniques obtenues en traction de composites renforcés par des fibres de jute sont donnés dans le tableau I.4.

Tableau I.4. Propriétés mécaniques du composite jute/polyester.

Type de Renfort		Matrice	E (GPa)	$\sigma_R$ (MPa)	$\epsilon_R$ (%)	Source
UD	$V_f = 25\%$	Polyester	$3,68 \pm 0,48$	$80 \pm 13,39$	$4,5 \pm 0,55$	[72]
	$V_f = 35\%$		$4,83 \pm 0,63$	$106 \pm 16,30$	$5,2 \pm 0,83$	
	$V_f = 44\%$		$5,53 \pm 0,67$	$122 \pm 31,11$	$4,8 \pm 0,54$	
UD	[0-0]	Epoxy	14,59	112,69	0,82	[30]
	$V_f = 25\%$ [0-45]		10,46	64,31	0,64	
	[0-90]		11,13	42,54	0,43	
Mats	$V_f = 12 - 48\%$	Epoxy	0,15 - 4,45	43 - 110	-	[88]
	$V_f = 13,7\%$	Polyester	4	23	3,4	[60]
Tissu	$V_f = 45\%$ Chaîne	Polyester	$7 \pm 1,12$	$60 \pm 2,80$	-	[25]
	Trame		$3,5 \pm 0,39$	$35 \pm 3,27$	-	
	$V_f = 25\%$ Trame	Polyester	3,97	42,23	1,1	[89]
Tissu	$V_f = 45\%$ Chaîne	PLLA	$1,12 \pm 0,034$	$81 \pm 13,5$	3,8	[90]
	Trame		$0,78 \pm 0,063$	$71 \pm 8,7$	4,1	

### II.6.2.1. Taux de renfort

Il est en général admis que l'augmentation du taux de renfort améliore les propriétés mécaniques d'un composite. La figure I.9 issue de l'étude de Mishra *et al.* [88] présente l'évolution en fonction du taux de fibres (en masse) de la contrainte à rupture et du module de Young d'un composite bidirectionnel jute/époxy testé en traction quasi-statique. Les auteurs ont constaté que l'augmentation du taux de fibres améliore les propriétés mécaniques en traction monotone du composite.

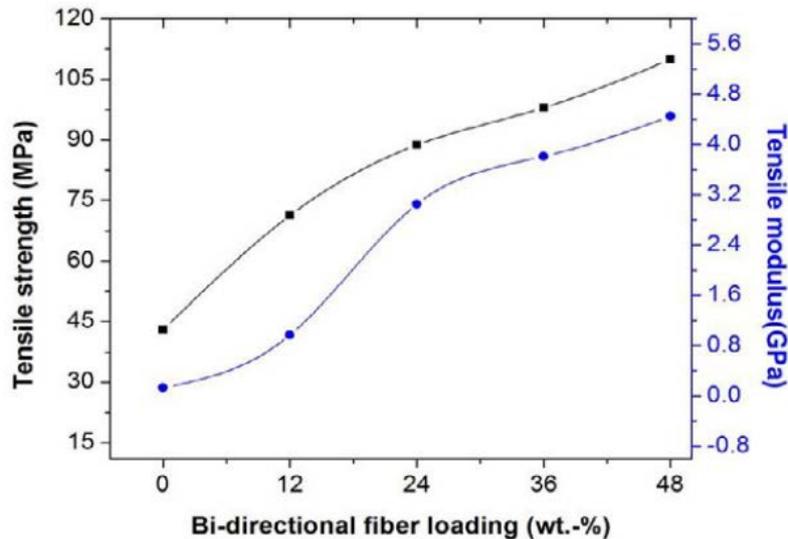


Figure I.9. Evolution des propriétés en traction en fonction du taux massique de renforts [88].

Cependant, certains auteurs ont montré que l'augmentation du taux de renfort dans un composite renforcé par des fibres de jute et ayant une faible interface fibre/matrice engendre une baisse des propriétés mécaniques. Par exemple, Mohanty *et al.* [91] ont montré que la résistance à la traction d'un composite tissu de jute/polyester-amide s'améliore en augmentant le taux de fibres (en masse) de 20% à 32%. Mais au-delà, une baisse des propriétés mécaniques est remarquée (figure I.10). Cela s'explique par le fait que l'augmentation du taux massique des fibres conduit à plus d'interface fibre/matrice et à une mauvaise mouillabilité des fibres. Bien que l'interface permette le transfert des contraintes entre la fibre et la matrice, c'est aussi la région de plus grand gradient de contrainte/déformation. Par conséquent, l'interface est le lieu où les microfissures sont le plus susceptibles de s'amorcer et de se propager. Pour une interface faible, l'augmentation du taux de fibres implique une surconcentration de contrainte au niveau de l'interface. Ceci conduit à la croissance accélérée de la densité de microfissures et à la rupture précoce du composite.

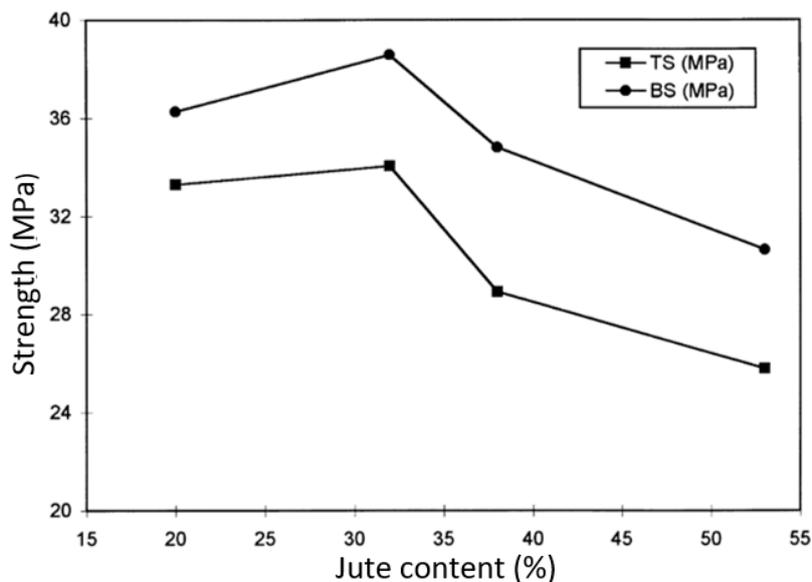


Figure I.10. Evolution des propriétés mécaniques en fonction du taux de fibres [91] (TS : résistance en traction, BS : résistance en flexion).

### II.6.2.2. Traitement des fibres

Afin d'améliorer l'adhésion fibre de jute/matrice, l'influence de la technique d'extraction, des traitements mécaniques, biologiques ou chimiques sur les fibres ou la matrice a été investigué [64, 92-93]. L'adhésion fibre/matrice peut être améliorée par la modification de la topologie de la surface de la fibre. Divers traitements permettent la modification de la surface des fibres. Ces derniers améliorent la mouillabilité de la fibre avec la matrice et créent un lien fort à l'interface fibre/matrice. Une bonne adhérence à l'interface contribue à son tour, à l'amélioration du transfert de charges entre les fibres et la matrice et par conséquent à de meilleures propriétés mécaniques [94].

Les techniques de modification de surface des fibres végétales ont fait l'objet de nombreux travaux [61, 64, 91-97]. La technique la plus utilisée est le traitement alcalin [61, 64, 91-92, 97]. Le processus d'alcalinisation apporte une nette performance vis-à-vis de la qualité de l'adhérence fibre/matrice. Certains auteurs préconisent que cette amélioration est due à l'élimination des liaisons hydroxyles et des composés non cellulosiques (couches cuticules cireuses, huiles et impuretés) de la surface. Ainsi, le traitement conduit à une amélioration de la liaison interfaciale entre la fibre et la matrice [92, 98]. Le traitement alcalin est souvent pratiqué pour extraire la lignine résiduelle, l'hémicellulose, et éliminer les hydroxyles et les impuretés naturelles et artificielles. Il permet également de promouvoir la fibrillation des faisceaux de fibres [99, 100] ce qui permet d'augmenter la surface de contact fibre/matrice, de réduire le diamètre des fibres et de produire une surface plus rugueuse.

Sever *et al.* [78] ont étudié l'effet du traitement des fibres sur le comportement mécanique en traction monotone d'un composite tissé jute/polyester et ont montré que le traitement des fibres de jute par une solution de soude à une concentration de 5 % (en masse) durant 1h améliore la résistance à la traction de 8,6 % et le module de Young de 6,7 %.

Toutefois, la concentration de l'alcali, la température et le temps de traitement des fibres sont des paramètres essentiels du processus de traitement. L'optimisation de ces paramètres contribue à l'amélioration des propriétés mécaniques du composite [51]. Les travaux de Stocchi *et al.* [100] menés sur un composite tissé jute/vinylester ont montré que le traitement alcalin, par une solution de soude concentrée à 5 % (en masse) durant 4 heures induit une augmentation du module de Young de 22% (figure I.11). En revanche, le même traitement effectué durant 24 heures n'entraîne aucune amélioration voire même une perte de la rigidité du composite. En effet, un temps de traitement long provoque des défauts à la surface des fibres. On souligne que les différents paramètres de traitement sont liés.

Gopinath *et al.* [101] quant à eux, ont étudié l'effet de la concentration de l'alcali sur le comportement mécanique de deux composites renforcés par des fibres courtes de jute : jute/polyester et jute/époxy. Ils ont montré que les composites avec des fibres traitées par une solution à 5 % de NaOH (en masse) présentent de meilleures propriétés en traction monotone que ceux avec des fibres traitées par une solution à 10 % (en masse).

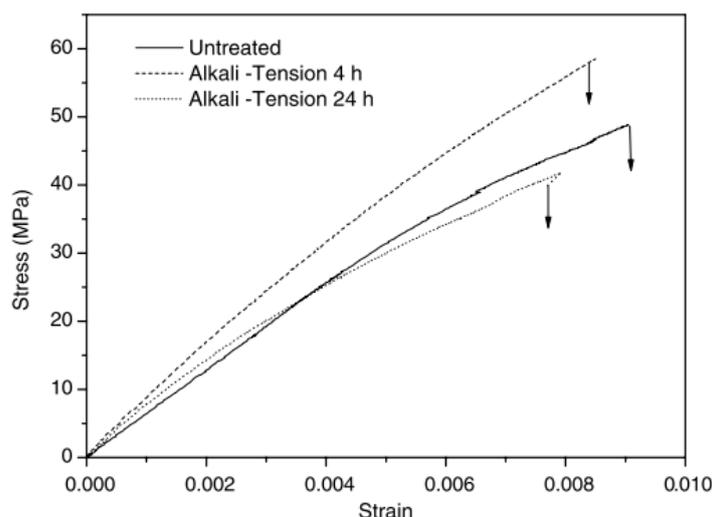


Figure I.11. Courbes de traction d'un composite jute/ vinylester avec différentes conditions de traitement des fibres [100].

### II.6.2.3. Vieillissement et absorption d'eau

Les fibres végétales par leur nature hydrophile, ont une forte aptitude à absorber l'humidité hygroscopique. Contrairement aux fibres synthétiques (verre ou carbone), cette hydrophilie a des effets négatifs sur les propriétés mécaniques des fibres végétales et donc du composite.

Certains auteurs se sont intéressés à la cinétique d'absorption d'eau et au vieillissement des composites renforcés par des fibres de jute [28, 82,102-103]. Les travaux de Singh *et al.* [102] ont montré que le taux d'absorption d'eau d'un composite jute/polyéthylène est d'autant plus élevé que le taux de fibres est important. Le vieillissement provoque une diminution des propriétés mécaniques en traction suite à la dégradation de l'interface fibre/matrice causée par le gonflement des fibres de jute. Akil *et al.* [28] ont mis en évidence un comportement pseudo-Fickien de la cinétique d'absorption d'eau pour un composite jute/polyester après vieillissement à température ambiante dans trois milieux différents (eau distillée, eau de mer et une solution acide) durant une période de 3 semaines (figure I.12).

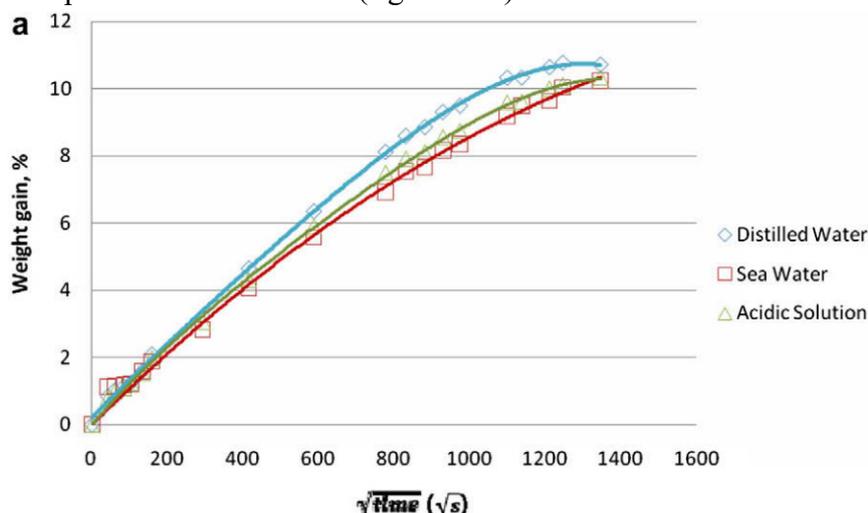


Figure I.12. Cinétique d'absorption dans de différents milieux pour un composite jute/polyester [28].

De même, Ma *et al.* [82] confirment que le traitement alcalin et au silane des fibres de jute réduit le taux d'absorption d'eau et améliore les propriétés mécaniques en traction du composite jute/époxy.

### II.6.3. Comportement en compression

Le comportement en compression des composites renforcés par des fibres de jute n'a pas fait l'objet d'un grand nombre d'études [25, 67, 104-105]. Sabeel *et al.* [105] ont étudié le comportement en compression d'un composite tissé jute/polyester. Ils ont montré que ce dernier présente un comportement non linéaire jusqu'à la rupture (figure I.13). La contrainte à rupture est du même ordre de grandeur que celle obtenue en traction monotone tandis que la déformation à rupture en compression est beaucoup plus importante reflétant un comportement moins fragile du matériau.

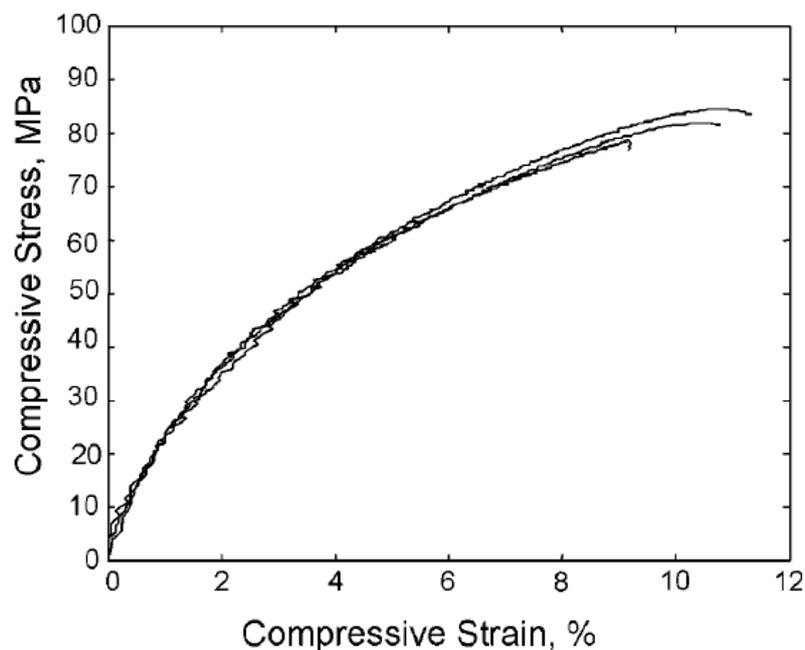


Figure I.13. Courbe de Compression d'un composite jute/polyester [105].

Acha *et al.* [104] montrent que la résistance en compression d'un composite bidirectionnel jute/polyester dépend fortement de la qualité d'interface fibre/matrice. Un traitement des fibres de jute induit une amélioration des propriétés mécaniques en compression du composite.

Le tableau I.5 rassemble quelques exemples de propriétés mécaniques obtenues en compression pour un composite jute/polyester.

Tableau I.5. Propriétés mécaniques en compression du composite jute/polyester.

Type de renfort	Matrice	E (GPa)	$\sigma_R$ (MPa)	$\epsilon_R$ (%)	Source
Tissu	$V_f=45\%$	$2,1 \pm 0,47$	$45 \pm 2,26$	-	Gowda <i>et al.</i> [25]
	$V_f=44\%$	$1,84 \pm 0,13$	$83,38 \pm 1,34$	10	Sabeel <i>et al.</i> [105]
	$V_f=56\%$	$2,3 \pm 0,3$	$52,4 \pm 1$	$4,1 \pm 0,8$	Acha <i>et al.</i> [104]

### II.6.4. Comportement en flexion

La figure I.14 issue de l'étude de Gowda *et al.* [25] présente un exemple de courbes charge-déplacement en flexion pour un composite tissé jute/polyester. D'après les auteurs, la résistance et le module en flexion sont contrôlés par les plis externes. Ils ont observé que les microfissures se développent au niveau des plis en tension et se propagent à travers l'éprouvette. Ces constatations concordent avec les résultats de Sabeel *et al.* [105]

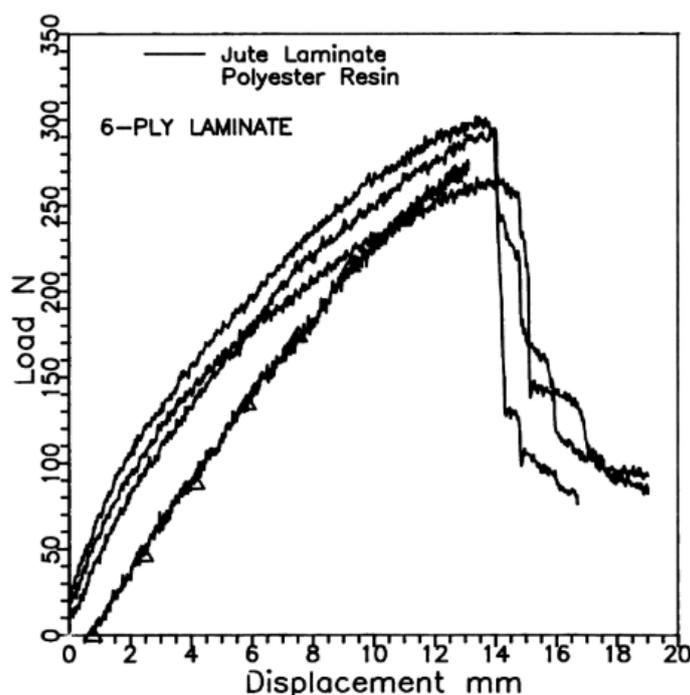


Figure I.14. Exemples de courbe de flexion pour un composite jute/polyester [25].

Dans le cas d'un composite unidirectionnel jute/polyester, le taux de fibre a un effet notable sur le comportement en flexion. Pour une fraction volumique des fibres allant de 0 à 30 % la résistance et le module de flexion varient respectivement de 72,7 à 115 MPa et de 2,2 à 4,25 GPa [106].

## III. Comportement en fatigue des matériaux composites

### III.1. Définition

La fatigue est un processus qui, sous l'action de contraintes ou de déformations cycliques, répétées ou alternées, modifie les propriétés locales d'un matériau et peut entraîner la formation de fissures et éventuellement la ruine de la structure. La fatigue des matériaux est étudiée pour divers types de sollicitations. Ces dernières peuvent être des chargements uni-axiaux : traction-traction, traction-compression, flexion, torsion, des chargements multiaxiaux ou aussi des chargements variables.

### III.2. Paramètres d'essais de fatigue

La plupart des essais en fatigue se font, soit à force imposée, soit à déplacement imposé mais l'essai à force imposée est le plus couramment utilisé. Les cycles de charge sont souvent de forme sinusoïdale de fréquence  $f$  en Hz. Les différents paramètres utilisés pour caractériser

un chargement de fatigue sont représentés sur la figure I.15. Le chargement est essentiellement déterminé par l'amplitude de la contrainte cyclique  $\sigma_a$  et la contrainte moyenne  $\sigma_m$ , définies comme suit :

$$\sigma_a = \frac{\sigma_{max} - \sigma_{min}}{2} \quad \text{Equation I.1}$$

$$\sigma_m = \frac{\sigma_{max} + \sigma_{min}}{2} \quad \text{Equation I.2}$$

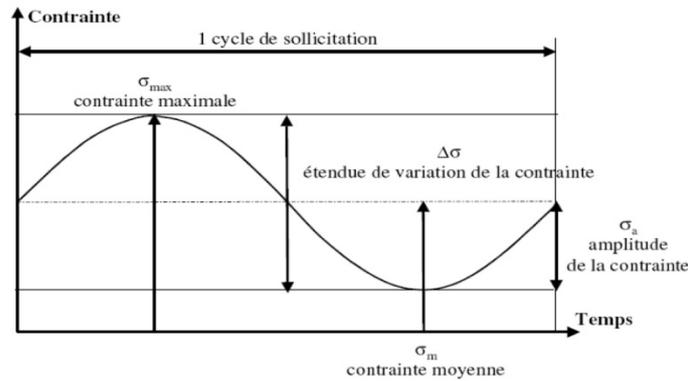


Figure I.15. Paramètres d'essai de fatigue cyclique [107].

Le rapport entre la charge minimale et maximale du cycle représente le rapport de charge  $R$ , il est défini comme suit :

$$R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}} \quad \text{Equation I.3}$$

La valeur du rapport de charge indique le type d'essai ; on distingue donc les sollicitations suivantes :

- $R < 0$ , contrainte alternée symétrique, traction-compression.
- $0 < R < 1$ , contrainte alternée asymétrique, traction pure.
- $R > 1$ , contrainte ondulée, compression pure.

### III.3. Courbe de Wöhler

Les données des essais de fatigue sont présentées le plus couramment sous forme de courbe S-N (*Stress-Number of cycle*), aussi appelée courbe de Wöhler. Elle représente le niveau de contrainte en fonction de la durée de vie (nombre de cycles à rupture en échelle logarithmique) (figure I.16). La durée de vie est établie pour un type de sollicitation, un rapport de charge et une fréquence donnée. Elle correspond au nombre de cycles appliqués à une éprouvette jusqu'à ce que soit atteint le critère de fin de vie prévu. La fin de vie est souvent définie comme la rupture de la structure testée.

Pour certains matériaux, la courbe S-N peut faire apparaître l'existence d'une limite d'endurance  $\sigma_D$  définie comme le niveau de contrainte en dessous duquel un matériau résistera aux contraintes cycliques sans rompre [107]. Évidemment, la connaissance d'un tel niveau de contrainte est important pour un ingénieur puisqu'il lui donne une contrainte de référence réaliste sur lequel il peut baser sa conception. Cependant, pour beaucoup de matériaux comme les composites par exemple, une telle limite est difficile à déterminer par l'expérience. Dans ces

cas, une limite d'endurance conventionnelle est définie pour un nombre de cycles, fixé au préalable.

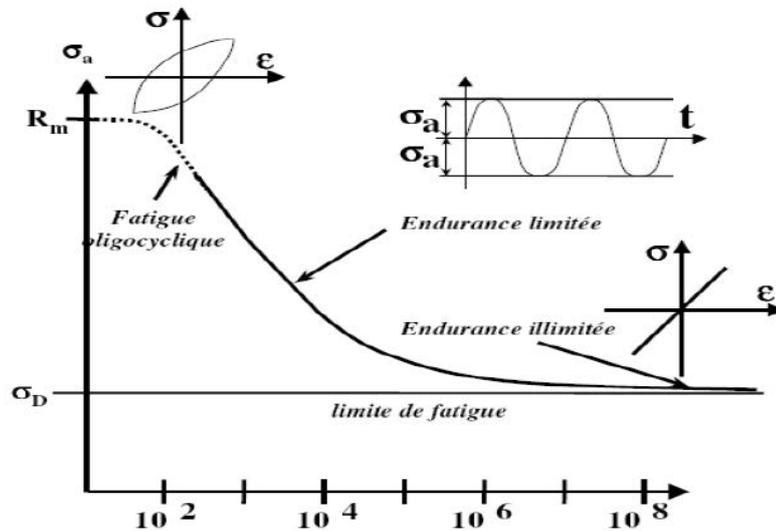


Figure I.16. Courbe de Wöhler (S-N) [107].

### III.4. Modélisation mathématique de la courbe S-N

Durant ces dernières années, de nombreux auteurs se sont intéressés à la modélisation des courbes de fatigue des composites. Plusieurs modèles sont proposés pour prédire la durée de vie en fatigue des composites. Ces modèles sont classés en trois catégories [108]:

- Modèles d'endommagement progressif: ils décrivent l'évolution d'un type d'endommagement. A titre d'exemple, le modèle proposé par Bergman *et al.* [109] décrit l'évolution de la zone de délaminage pour un composite carbone/époxy. Van Paeppegem *et al.* [110] ont aussi utilisé ce modèle pour la fatigue des composites tissés verre/époxy en flexion. On peut également citer le modèle de Hochard *et al.* [111] développé pour des composites stratifiés ou tissés 2D et le modèle basé sur la mécanique de l'endommagement des composites tissés 3D renforcés par des polymères développé par l'ONERA. Ce dernier est établi dans un premier temps pour les chargements monotones [112]. Ensuite il est étendu aux chargements de type fatigue [113] et aux composites à matrice céramique [114]

- Les approches phénoménologiques basées sur la rigidité ou la contrainte résiduelle : dans ce cas, les mécanismes d'endommagement qui se développent dans le composite durant les essais de fatigue ne sont pas pris en compte pour prévoir son comportement. Seule la dégradation des propriétés macroscopiques comme la rigidité résiduelle ou la contrainte résiduelle est considérée. De nombreux travaux utilisent ce type d'approche [115-119]

- Les approches globales : cette catégorie de modèles se base sur les informations données par les courbes S-N. Le principal intérêt à l'utilisation de ce type de modèle est qu'il fournit directement le nombre de cycles à rupture. En contrepartie, la construction des courbes S-N est nécessaire à l'identification des paramètres intervenant dans l'expression des modèles [120]

Dans le cadre des approches phénoménologiques, D'Amore *et al.* [121] ont proposé un modèle basé sur la résistance résiduelle. La contrainte résiduelle du matériau composite décroît suivant une loi puissance :

$$\frac{d\sigma_r(N)}{dn} = -aN^b \quad \text{Equation I.4}$$

où

$\sigma_r(N)$  : la contrainte résiduelle du matériau après  $N$  cycles  
 $a$  et  $b$  : constantes caractéristiques du matériau

A partir de l'équation I.4 et de l'hypothèse que la rupture en fatigue survient lorsque la résistance résiduelle dans l'éprouvette est égale à la contrainte maximale de fatigue appliquée ( $\sigma_{max}$ ), le nombre de cycles à rupture,  $N_R$  peut être donné par l'équation I.5 :

$$N_R = \left[ 1 + \frac{1}{\alpha(1-R)} \left( \frac{\sigma_R}{\sigma_{max}} - 1 \right) \right]^{\frac{1}{\beta}} \quad \text{Equation I.5}$$

où

$R$  : rapport de charge  
 $\sigma_R$  : contrainte à rupture en traction du composite  
 $\alpha$  et  $\beta$  : paramètres liés au composite étudié

Le nombre restreint de paramètres à identifier ( $\alpha$  et  $\beta$ ) est l'atout principal de ce modèle. De plus, il prend en compte l'effet de  $R$  sur le comportement. Afin de déterminer les paramètres  $\alpha$  et  $\beta$ , l'équation I.5 peut être écrite sous la forme suivante :

$$\alpha(N^\beta - 1) = \left( \frac{\sigma_R}{\sigma_{max}} - 1 \right) \left( \frac{1}{1-R} \right) \quad \text{Equation I.6}$$

Le terme  $D = \left( \frac{\sigma_R}{\sigma_{max}} - 1 \right) \left( \frac{1}{1-R} \right)$  est tracé en fonction du terme  $(N^\beta - 1)$  qui forme une droite. La valeur de  $\beta$  doit être déterminée de telle sorte que, pour les résultats expérimentaux de fatigue, cette droite passe par l'origine. La pente de cette droite représente la valeur de  $\alpha$ .

Ce modèle est initialement développé pour les composites à fibre courtes de verre avant d'être validé pour un composite tissé verre/polypropylène sollicité en flexion [122] et pour un composite tissé verre/époxy en fatigue en compression [123]. Les résultats sont représentés par la figure I.17.

De Vasconcelos *et al.* [19] ont utilisé ce modèle pour un composite tissé chanvre/époxy sollicité en fatigue de type traction-traction. Les résultats ont montré une bonne coïncidence entre les données expérimentales et le modèle.

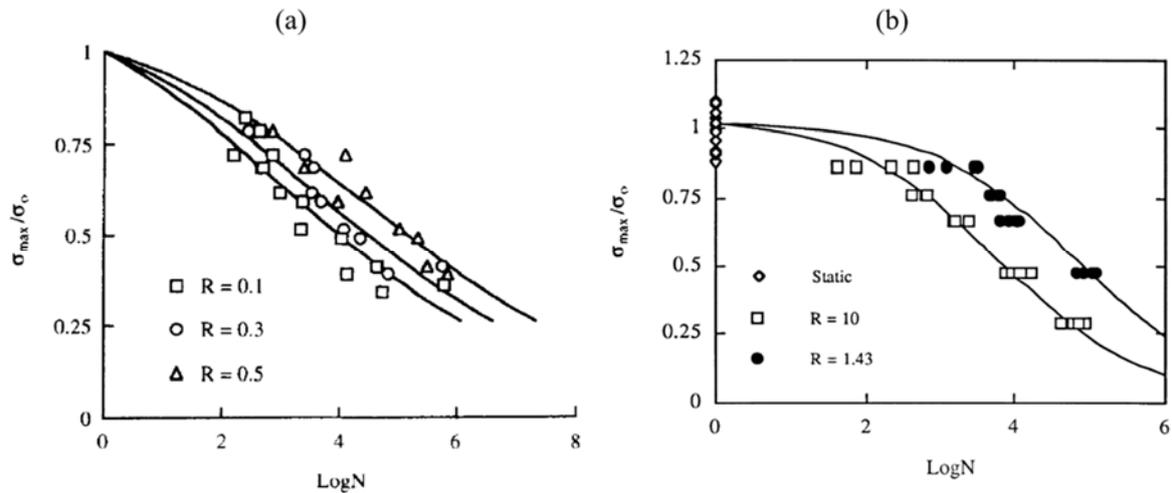


Figure I.17. Application du modèle de D'Amore : a) Composite tissé verre/ polypropylène [122] et b) Composite tissé verre/époxy [123] ( $\sigma_{max}$  : contrainte maximale de fatigue,  $\sigma_0$  : résistance à la traction).

Sur la base du modèle de D'Amore, Epaarachchi *et al.* [124] ont proposé un modèle qui tient compte de la fréquence et de l'orientation des fibres en plus du rapport de charge. Le nombre de cycles à rupture est donné par l'expression suivante :

$$N_R = \left[ 1 + \left( \frac{\sigma_{R,\theta}}{\sigma_{max}} - 1 \right) \left( \frac{f^\beta}{\alpha(1-R)^{\lambda-R|\sin\theta|}} \right) \left( \frac{\sigma_{R,\theta}}{\sigma_{max}} \right)^{\lambda-1-R|\sin\theta|} \right]^{\frac{1}{\beta}} \quad \text{Equation I.7}$$

avec

- $\theta$  : plus petit angle entre les fibres et la direction de chargement
- $\sigma_{R,\theta}$  : contrainte à rupture en traction du composite
- $f$  : fréquence de chargement
- $\lambda$  : paramètre fixé à 1,6 par les auteurs

Ce modèle est utilisé dans plusieurs études du comportement en fatigue des composites [20, 125-127].

### III.5. Endommagement en fatigue des composites

La quantification de l'endommagement en fatigue d'un composite pour un nombre de cycles donné ( $\langle N_R \rangle$ ), permet d'estimer sa durée de vie résiduelle pour un niveau de charge donné. La méthode la plus utilisée pour caractériser l'évolution de l'endommagement du matériau durant la fatigue est la mesure des paramètres mécaniques pour chaque cycle : le module sécant  $E_s$  [129-131], la déformation (résiduelle  $\epsilon_{Res}$  et maximale  $\epsilon_{Max}$ ) [132-135] et l'énergie dissipée  $\Delta W$  (qui correspond à l'aire renfermée par la boucle d'hystérésis) [136-139]. Tous ces paramètres sont schématisés sur la figure I.18.

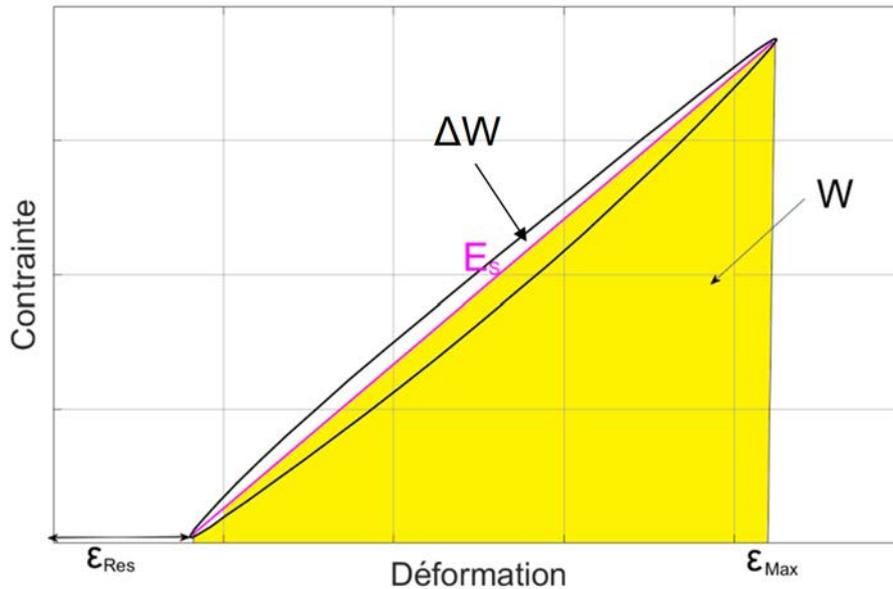


Figure I.18. Paramètres mécaniques calculés sur une boucle d'hystérésis.

### III.5.1. Evolution du module élastique sécant

L'évolution du module élastique sécant  $E_s$  est un très bon indicateur d'endommagement. Les premiers travaux sur la dégradation du module du matériau composite en fatigue ont été menés par Reifsnider *et al.* [140]. Les auteurs ont distingué trois phases dans l'évolution du module (figure I.19) : une première phase où celui-ci décroît rapidement en raison de l'apparition des microfissures, suivie par une phase pour laquelle la diminution prend une allure presque linéaire et qui correspond à une évolution lente de l'endommagement. Enfin, une diminution très rapide du module survient conduisant à la ruine totale du matériau.

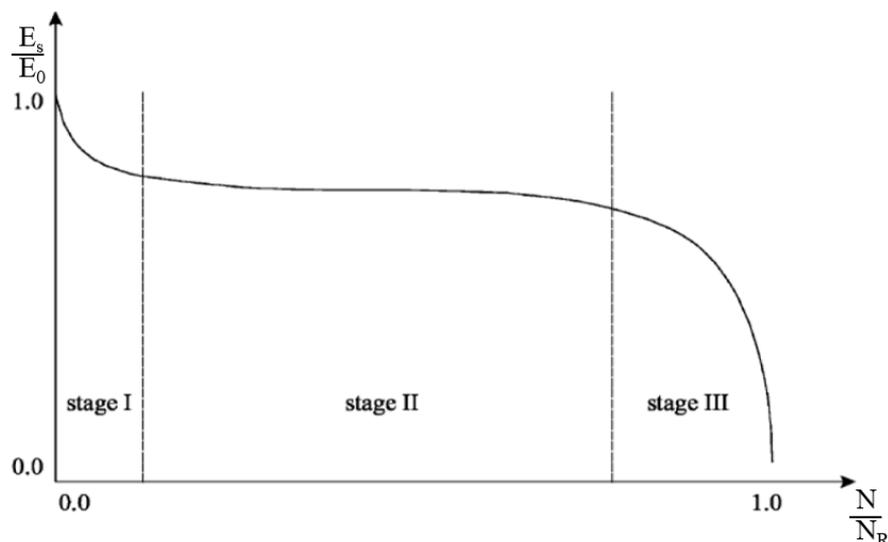


Figure I.19. Courbe typique de l'évolution de la rigidité lors d'un essai de fatigue pour les composites [140]. ( $E_0$  représente le module du premier cycle et  $N_R$  le nombre de cycles à rupture).

Cette évolution en trois phases du module a été reportée dans de nombreux travaux sur la fatigue en traction-traction des composites carbone/époxy [141-142], verre/époxy [143], verre/polyester [144] et aussi en fatigue en flexion des composites tissu de verre/époxy [145].

### III.5.2. Evolution de la déformation

L'évolution des valeurs extrêmes de déformation lors des essais de fatigue est liée à la cinétique de l'endommagement du composite. Des indicateurs d'endommagement très intéressants, peuvent être calculés à partir de ces déformations (résiduelle ou maximale) afin de prévoir la durée de vie du composite comme ceux proposés par Hwang *et al.* [115] :

$$D_1(N) = 1 - \frac{\varepsilon_{N_0}}{\varepsilon_N} \quad \text{Equation I.8}$$

$$D_2(N) = \frac{\varepsilon_N - \varepsilon_{N_0}}{\varepsilon_{N_R} - \varepsilon_{N_0}} \quad \text{Equation I.9}$$

avec

$\varepsilon_{N_0}$  : déformation au premier cycle

$\varepsilon_N$  : déformation au cycle en cours

$\varepsilon_{N_R}$  : déformation au dernier cycle

### III.5.3. Energie dissipée et frottement interne

Lors d'une sollicitation cyclique, un phénomène d'hystérésis peut être observé : le trajet de chargement de l'éprouvette ne se confond pas avec celui de la décharge (figure I.18). Ce comportement peut s'expliquer par la mise en jeu de plusieurs phénomènes selon le type de matériau étudié. Cela peut être dû à la viscosité, à la cristallisation sous tension ou encore à de l'endommagement. L'énergie dissipée  $\Delta W$  (l'aire de la boucle d'hystérésis) est la différence entre l'énergie stockée lors du chargement et celle restituée lors du déchargement.

L'énergie dissipée peut être amplifiée par le niveau de sollicitation ainsi que par la fréquence de chargement. C'est la raison pour laquelle, il est intéressant de considérer le frottement interne (équation I.10) appelé aussi amortissement. Il est défini comme étant le rapport entre l'énergie dissipée et l'énergie élastique de déformation  $W$  (représentée par l'aire sous le segment de droite liant les extrémités de la boucle, zone colorée en jaune sur la figure I.18).

$$\frac{\Delta W}{W_N} = \frac{\int \sigma_{recharge}^N d\varepsilon - \int \sigma_{decharge}^N d\varepsilon}{\frac{1}{2} E_S \times (\varepsilon_{Max}^N - \varepsilon_{Res}^N)^2} \quad \text{Equation I.10}$$

avec

$\frac{\Delta W}{W_N}$  : frottement interne lors du cycle N

$\sigma_{recharge}^N$  : contrainte lors de la recharge du cycle N

$\sigma_{decharge}^N$  : contrainte lors de la décharge du cycle N

La variation du frottement interne renseigne sur l'évolution de l'endommagement du composite [136-139, 146].

## III.6. Fatigue des matériaux composites à fibres végétales

Au cours de cette dernière décennie, le comportement en fatigue cyclique des composites à fibres végétales a fait l'objet d'un grand nombre de travaux [12, 19, 20, 89, 147-175].

Hacker *et al.* [148] ont étudié la fatigue de composites bois/époxy en tension-tension ( $R=0,1$ ), compression-compression ( $R=10$ ) et en chargement alterné ( $R=-1$ ). Dans les trois cas, la courbe S-N est établie en utilisant une loi semi-logarithmique. Les résultats ont montré que pour les mêmes niveaux de chargement, le composite sollicité en compression-compression présente des durées de vie plus longues. L'évolution des paramètres mécaniques (module, déformations et énergie dissipée) a permis de caractériser l'endommagement du composite. Ce dernier s'endommage plus en fatigue sous chargement alterné.

Elouaer *et al.* [153] se sont intéressés au comportement en fatigue de deux types de composite à matrice polypropylène renforcés par deux variétés de fibres courtes de chanvre. Les auteurs concluent que la tenue en fatigue du chènevotte/PP est supérieure à celle de chanvre/PP.

Silva *et al.* [154] ont établi la courbe de durée de vie d'un composite sisal/ciment. La cinétique d'évolution du module sécant a permis de caractériser l'endommagement du composite au cours de la fatigue.

Liang *et al.* [9] ont comparé le comportement en fatigue en tension-tension d'un composite lin/époxy et celui d'un composite verre/époxy. Ils ont constaté que les composites  $[\pm 45]_{3S}$  renforcés par des fibres de lin, résistent mieux que les  $[\pm 45]_{3S}$  renforcés par des fibres de verre. Pour les chargements de faible amplitude, le comportement en fatigue des éprouvettes  $[0/90]_{3S}$  en lin/époxy est comparable à celui du verre/époxy.

L'analyse de l'évolution de la rigidité lors de la fatigue a montré que les composites à fibres de verre orientées suivant la direction de chargement présentent une diminution allant de 7 et 25% selon le niveau de chargement. En revanche, une augmentation du module d'environ 2 % est constatée pour les composites à fibres de lin (figure I.20). Les auteurs attribuent ce phénomène de raidissement à l'effet d'auto-redressement des fibres de lin et au réalignement des microfibrilles contenues dans la fibre.

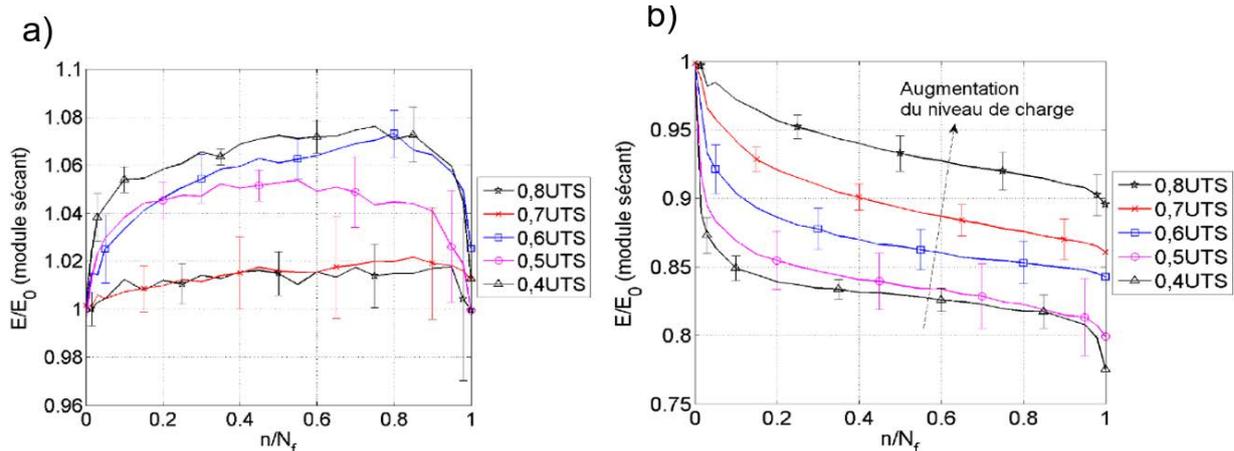


Figure I.20. Evolution du module sécant en fonction du nombre de cycles normalisé. a) lin/époxy, b) verre/époxy [9]. (UTS représente la résistance en traction).

De même, El Sawi *et al.* [12], Ueki *et al.* [176] ainsi que Jeannin *et al.* [174] ont eux aussi observé le phénomène de raidissement des composites UD lin/époxy orientés selon la direction de chargement.

De Vasconcellos *et al.* [19] ont étudié le comportement en fatigue de type tension-tension d'un composite tissé chanvre/époxy. Deux séquences d'empilement ont été considérées :  $[0^\circ/90^\circ]_7$  et le  $[\pm 45^\circ]_7$ . Le modèle de D'Amore [121] est utilisé pour modéliser la durée de vie des composites. Les résultats ont montré que le composite  $[\pm 45^\circ]_7$  présente une meilleure résistance à la fatigue que le composite  $[0^\circ/90^\circ]_7$  (figure I.21).

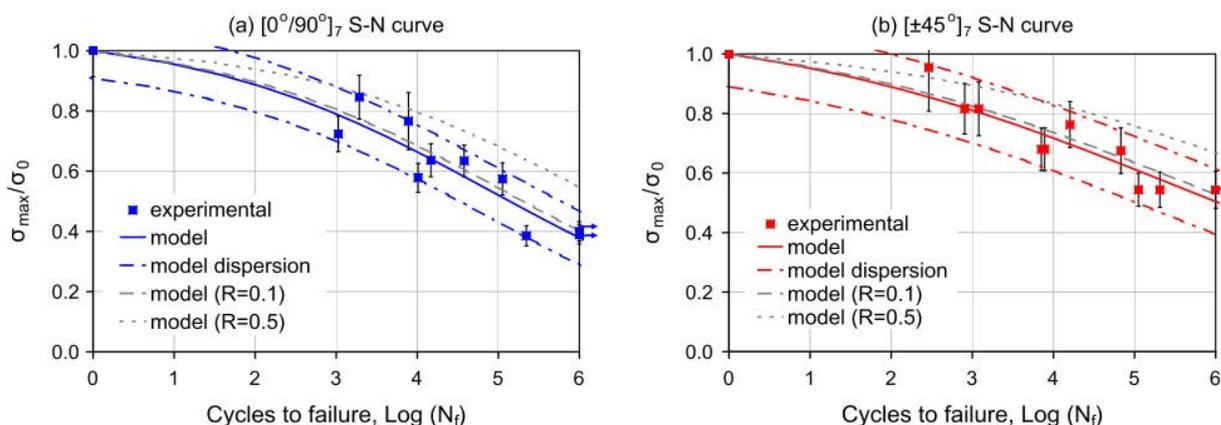


Figure I.21. Courbe de durée de vie avec la représentation du modèle de D'Amore a)  $[0^\circ/90^\circ]_7$ ; b)  $[\pm 45^\circ]_7$  [19] ( $\sigma_{max}$  : contrainte maximale de fatigue,  $\sigma_0$  : résistance à la traction).

L'évolution du module élastique sécant ainsi que celle de la déformation ont permis de suivre la dynamique d'endommagement. Contrairement aux composites renforcés par des fibres de lin, le raidissement n'est pas observé pour les composites à fibres de chanvre.

Concernant les fibres de jute, très peu de travaux se sont intéressés au comportement en fatigue cyclique de leurs composites [89] [147]. Dobah *et al.* [89] ont caractérisé le comportement en fatigue en tension-tension et sous sollicitation multiaxiale (tension-torsion) d'un composite tissé jute/polyester. Les essais ont été effectués sous contrôle de déplacement.

Pour les deux types de sollicitations, le module élastique sécant évolue en trois phases durant l'essai de fatigue comme défini par Reifsnider (figure I.22). La courbe de durée de vie est caractérisée en utilisant une loi semi-logarithmique pour les deux types sollicitation.

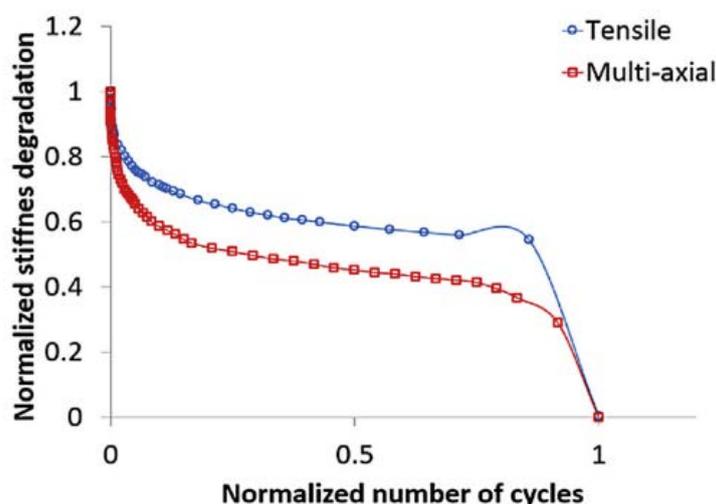


Figure I.22. Evolution du module sécant normalisé pour un composite tissé jute/polyester [89].

### III.7. Paramètres influençant le comportement en fatigue des composites

#### III.7.1. Fréquence de chargement $f$

La fréquence de chargement  $f$  peut influencer la durée de vie en fatigue et l'évolution de la rigidité des composites à fibres végétales. A titre d'exemple, Ueki *et al.* [176] montrent que pour un composite UD lin/époxy orienté selon le sens de chargement, l'augmentation de la fréquence entre 0,25 et 2 Hz augmente la durée de vie en fatigue (figure I.23.a), mais réduit l'augmentation de la rigidité relative (figure I.23.b). Pour des fréquences comprises entre 2 et 5 Hz, les auteurs n'ont constaté aucune influence notable sur la résistance à la fatigue des stratifiés lin/époxy. Concernant les composites tissés lin/époxy, Asgarinia *et al.* [167] ont montré que la fréquence n'a pas d'influence significative sur leur comportement en fatigue.

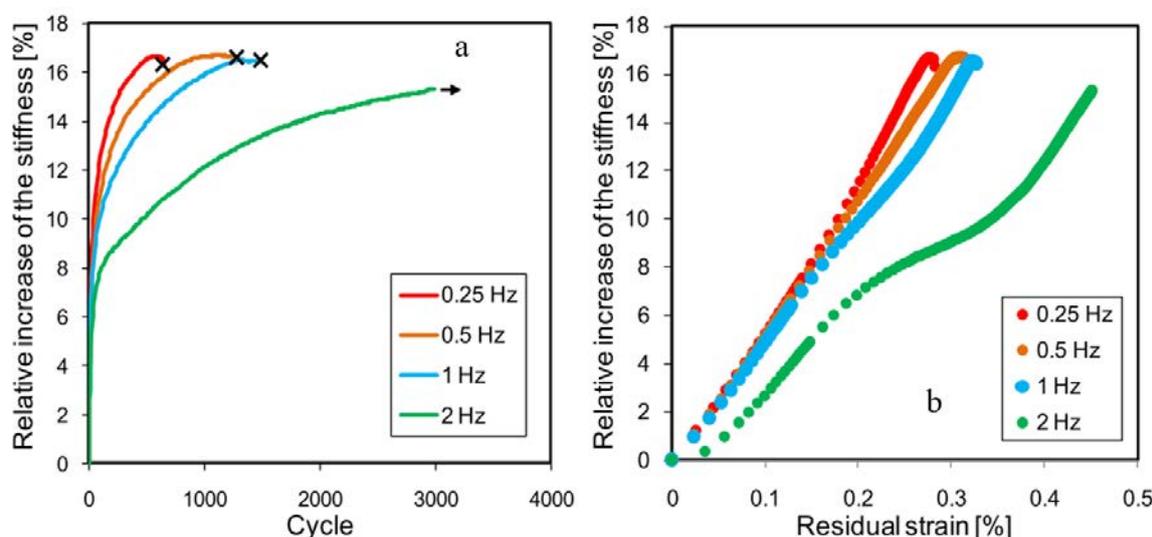


Figure I.23. Evolution de la rigidité relative pour différentes fréquences de chargement en fatigue d'un composite lin/époxy. a) en fonction du nombre de cycle, b) en fonction de la déformation résiduelle [176].

#### III.7.2. Rapport de charge $R$

L'effet du rapport de charge  $R$  est très marqué sur la durée de vie en fatigue. L'étude du comportement en fatigue d'un composite chanvre/polyester montre que des rapports de charge élevés entraînent une durée de vie en fatigue plus longue et des courbes S-N plus raides (figure I.24) [152, 156, 162]. Etant donné que des ratios plus élevés impliquent des amplitudes de contrainte plus faibles, les échantillons subissent des gradients de contrainte plus faibles entre la fibre et la matrice, réduisant ainsi la cinétique de croissance des fissures au niveau de l'interface fibre/matrice avec l'augmentation du nombre de cycles.

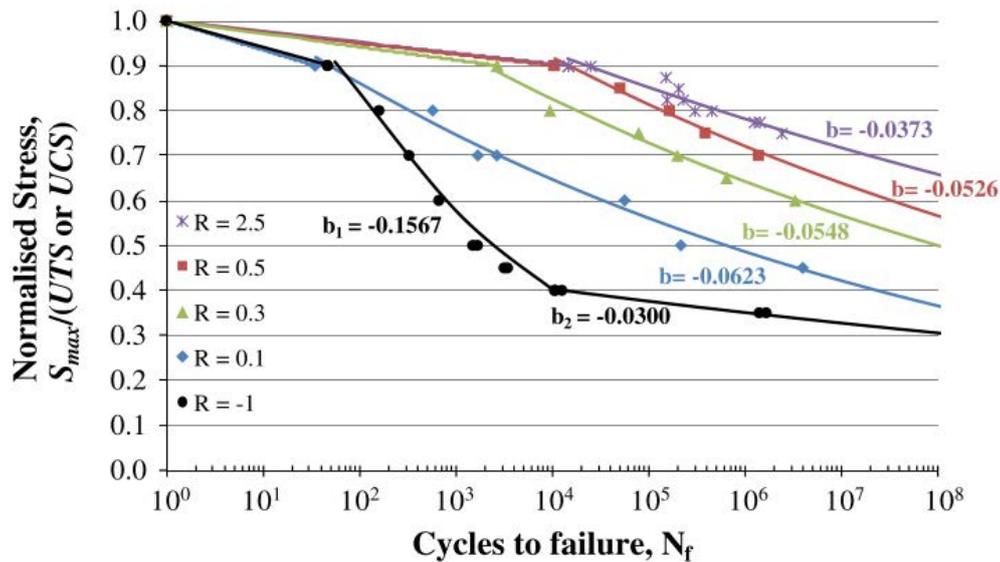


Figure I.24. Courbes de durées de vie d'un composite chanvre/polyester pour différents rapports de chargement ( $R$ ) [162].

### III.7.3. Architecture du renfort

L'architecture du renfort peut aussi avoir un effet sur le comportement en fatigue des composites à fibres végétales. D'après Gassan *et al.* [145], les composites unidirectionnels subissent moins de dégradations durant les essais de fatigue que les composites tissés. Toutefois, Shah *et al.* [162], ont comparé le comportement en fatigue de type tension-tension de trois orientations de composites lin/polyester : deux composites unidirectionnels  $[0]_4$  et  $[90]_4$ , et un composite bidirectionnel  $[\pm 45]_4$ . Les résultats ont montré que le composite  $[\pm 45]_4$  présente une résistance à la fatigue supérieure à celle des composites  $[0]_4$  et  $[90]_4$  (figure I.25).

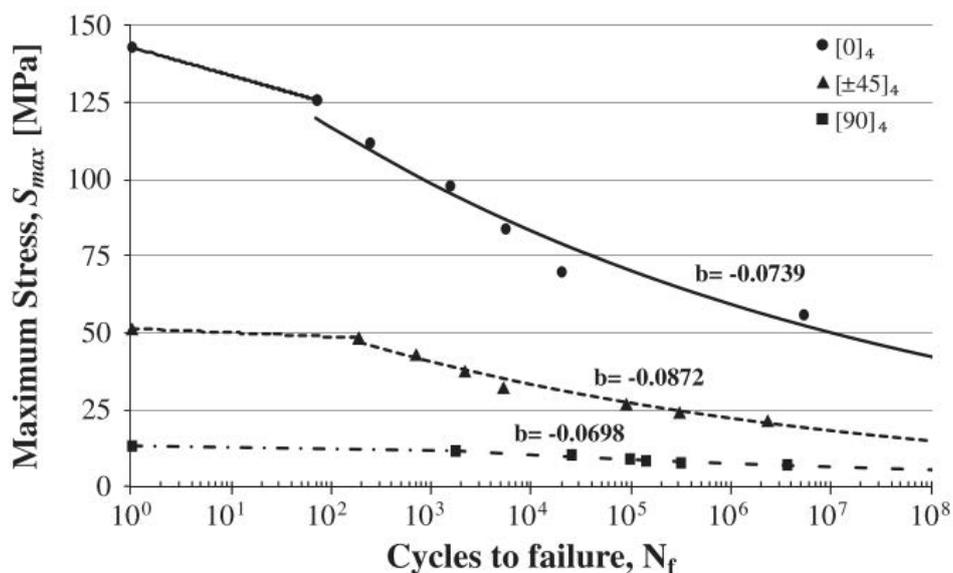


Figure I. 25. Courbes de durées de vie d'un composite lin/polyester [162].

### III.7.4. Taux de fibres

De nombreux travaux se sont intéressés à l'influence de la fraction volumique des fibres sur le comportement en fatigue des composites à fibres végétales. Ce qui ressort en général de ces études, est que l'augmentation du  $V_f$  n'entraîne pas forcément une amélioration des performances en fatigue de ces composites. L'étude du comportement en fatigue de type tension-tension d'un composite jute/polyester avec différentes fractions volumiques de fibres a montré que le taux de fibres a peu d'effet sur la cinétique de dégradation du matériau durant la fatigue [162] (figure I.26).

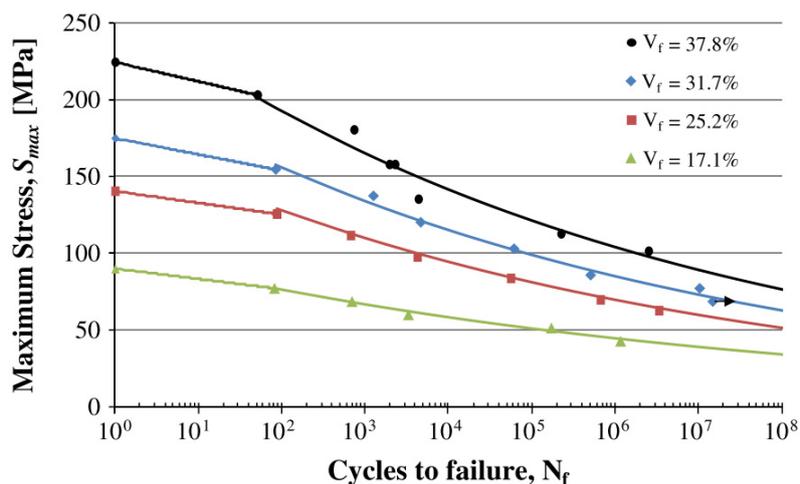


Figure I.26. Courbes de durée de vie d'un composite jute/polyester avec différentes fractions volumiques [162].

### III.7.5. Traitement des fibres

Towo et Ansell ont montré dans deux études différentes [149] [150] que le traitement des fibres de sisal avec une solution NaOH (6 % en masse) améliore la résistance à la traction des composites sisal/polyester, mais n'influence pas nécessairement le comportement en fatigue de ces derniers, surtout à des niveaux de contrainte faibles. Ils ont montré aussi que les composites sisal/époxy, (fibres de sisal traitées), n'ont pas une durée de vie en fatigue nettement plus longue par rapport à ceux réalisés avec des fibres non traitées. Ils ont attribué ce constat à la forte liaison formée entre la résine époxy et les fibres de sisal non traitées.

## III.8. Modes d'endommagement des matériaux composites en fatigue cyclique

Généralement, les mécanismes d'endommagement des composites observés en fatigue cyclique sont les mêmes que ceux observés en sollicitation monotone [1, 12, 177]. Ces mécanismes sont classés en deux catégories : les endommagements macrostructuraux et microstructuraux. Les premiers correspondent aux macro-fissures matricielles transverses et au délaminage. Les seconds regroupent principalement les microfissures de la matrice, les décohésions de l'interface fibre/matrice et la rupture des fibres (figure I.27).

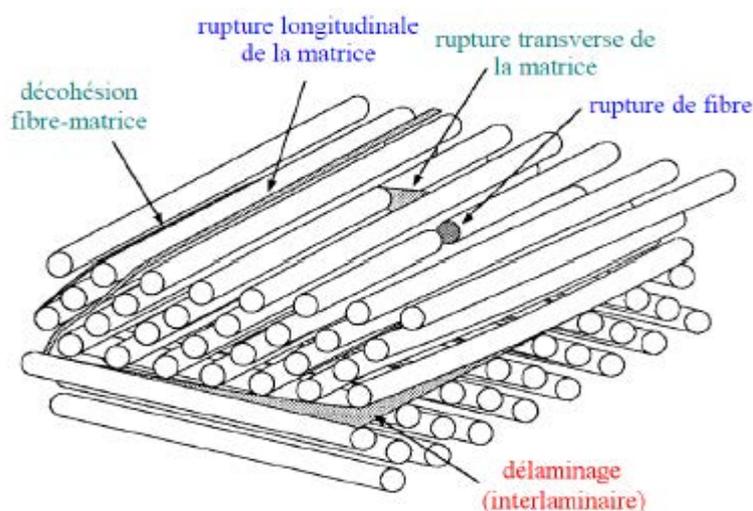


Figure I.27. Mécanismes d'endommagement dans un composite unidirectionnel [1].

Les études menées par Pandit *et al.* [143] et par Daggumati *et al.* [178] sur des composites tissés font apparaître trois mécanismes d'endommagement pour ce type de composite. Ils rapportent que l'initiation de l'endommagement se fait généralement par la décohésion de l'interface fibre/matrice à l'intérieur des faisceaux transversaux. Ces dernières se propagent par coalescence jusqu'à former une fissure dans le toron. Lorsque cette fissure atteint le bord du toron, elle se propage soit vers une zone riche en matrice, soit le long d'un toron longitudinal adjacent. Finalement, la ruine totale du composite est liée à la rupture progressive des fibres longitudinales.

### III.9. Endommagement en fatigue des composites à fibres végétales

Un nombre restreint de scénarios d'endommagement des composites à fibres végétales sollicités en fatigue cyclique est présenté dans la littérature. Afin de décrire l'évolution des différents modes d'endommagement qui entrent en jeu lors des essais de fatigue effectués sur un composite lin/époxy ( $[0]_{16}$ ,  $[\pm 45]_{4s}$ ), El Sawi *et al.* [12] ont réalisé des essais de fatigue interrompus à différents nombres de cycles (chaque tiers de la durée de vie  $N_R$ ). Les échantillons de chaque essai sont extraits et observés au MEB. Les résultats (figure I.28) indiquent que les premiers endommagements apparaissent à l'intérieur des faisceaux de fibres transversaux (label 2). Pour les composites  $[\pm 45]_{4s}$ , des décohésions de l'interface fibre/matrice peuvent aussi être observées durant le premier tiers de la durée de vie du composite (label 4). Ce mécanisme est observé pour les composites  $[0]_{16}$  seulement après 2/3 de la durée de vie du composite (figure I.28.b).

Après 2/3 de la durée de vie du composite  $[0]_{16}$ , les fissures à l'intérieur des faisceaux se propagent par coalescence jusqu'à atteindre le bord du faisceau (label 3). Pour les composites  $[\pm 45]_{4s}$ , les décohésions de l'interface fibre/matrice se développent autour des faisceaux de fibres (label 7). L'analyse des micrographies des composites  $[0]_{16}$  après la rupture montre que les fissures développées à l'intérieur des faisceaux de fibres se sont propagées vers la zone riche en matrice (label 5). Pour les composites  $[\pm 45]_{4s}$ , les décohésions de l'interface fibre/matrice s'ouvrent d'autant plus et se propagent aussi dans la zone riche en matrice pour fusionner avec la décohésion du faisceau adjacent (label 8).

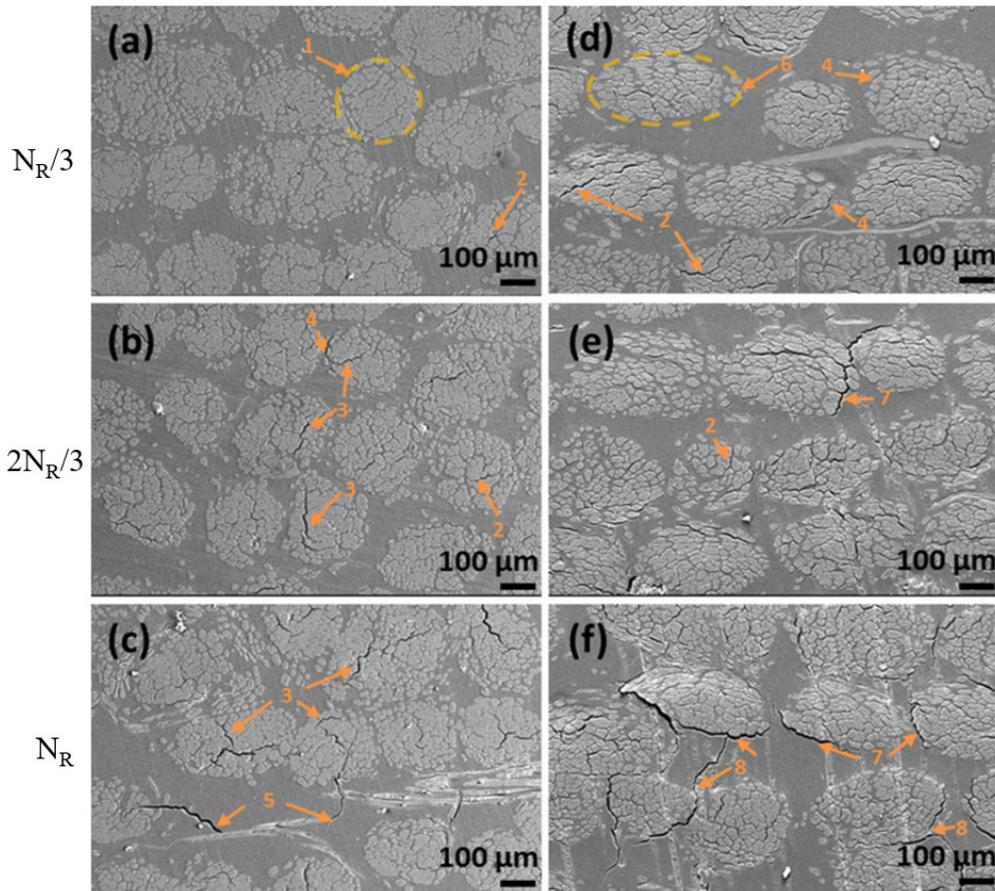


Figure I.28. Images au MEB des sections latérales à différents nombres de cycles. Composite  $[0]_{16}$  (a,b,c) ; Composite  $[\pm 45]_{4S}$  (d,e,f) [12].

Les mêmes mécanismes d'endommagement ont été observés par Liang *et al.* [10] sur des échantillons post mortem pour un composite lin/époxy sollicité à 60% de  $\sigma_R$  ( $[0/90]_{3S}$  et  $[\pm 45]_{3S}$ ) à l'aide d'un microscope optique (figure I.29). Les images montrent des fissures transverses traversant les plis à 45° qui semblent s'être propagées le long de l'interface faisceaux/matrice. Beaucoup de décohésions fibre/matrice sont observées tandis qu'aucune fissure dans la zone riche en matrice n'a été détectée. Pour les composites  $[\pm 45]_{3S}$  (figure I.29.b), on peut voir la présence des fissures inter-laminaires longitudinales.

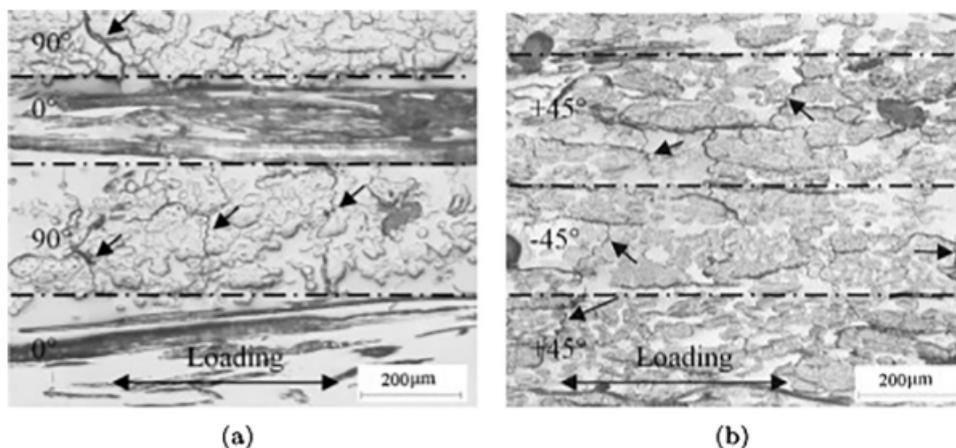


Figure I.29. Images au MO des éprouvettes rompues testées à 60% de  $\sigma_R$ . a)  $[0/90]_{3S}$  ; b)  $[\pm 45]_{3S}$  [10].

De Vasconcelos *et al.* [19] ont identifié les mécanismes d'endommagement qui entrent en jeu lors de la fatigue d'un composite tissé chanvre/époxy par  $\mu$ -tomographie X (figure I.30). Comme pour les composites à fibres de lin, de multiples décohésions des faisceaux de fibres/matrice sont observées.

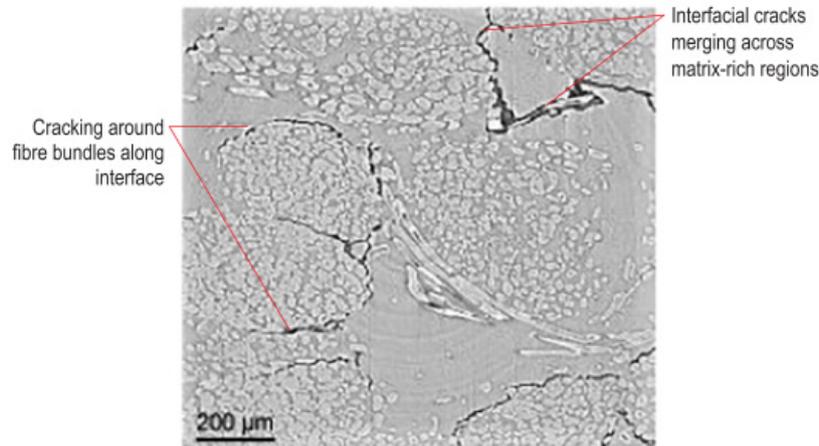


Figure I.30. Micrographie 3D d'un échantillon de chanvre/époxy  $[\pm 45]_7$  testé à  $70\% \sigma_R$  [19].

## IV. Caractérisation de l'endommagement par émission acoustique

### IV.1. Principe

L'émission acoustique (EA) est l'une des techniques les plus utilisées pour suivre l'état de santé en temps réel des matériaux composites [179]. Cette technique s'appuie sur l'utilisation d'un ou plusieurs capteurs piézo-électriques placés en surface de l'éprouvette, permettant la conversion de l'onde élastique libérée par le développement de l'endommagement dans le matériau en un signal électrique. Le signal est ensuite amplifié puis numérisé par le système d'acquisition afin de traiter son contenu (figure I.31).

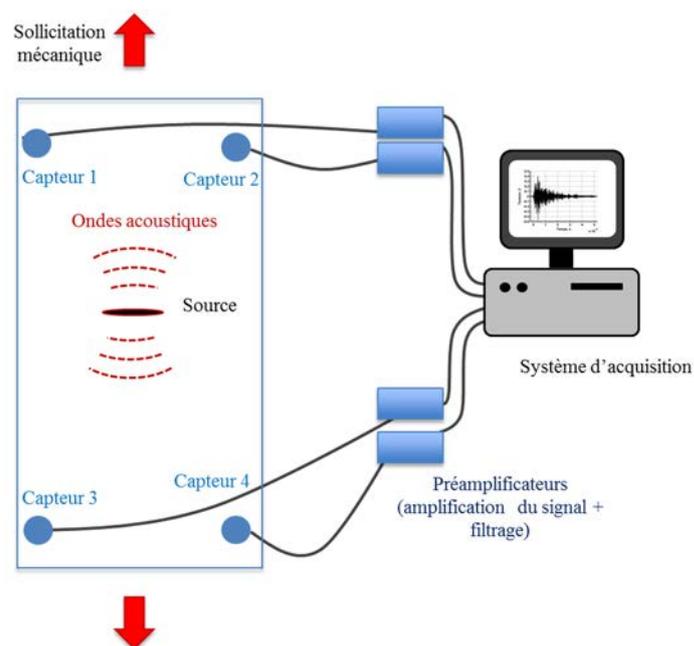


Figure I.31. Schéma du dispositif de suivi par émission acoustique [179].

La numérisation des signaux d'EA permet d'obtenir ce qu'on appelle les formes d'onde ou salves, représentant l'évolution de la tension en fonction du temps. De manière générale, une salve est définie entre le premier et le dernier dépassement du seuil d'acquisition. Ce dernier, fixé par l'utilisateur, correspond à la tension minimale à partir de laquelle le signal est traité et enregistré. Il est déterminé en fonction du bruit électronique de la chaîne d'acquisition et de l'environnement du dispositif expérimental.

## **IV.2. Localisation des sources d'EA**

Lorsqu'on utilise plusieurs capteurs, il est possible de localiser la source à l'origine de l'activité acoustique. La position des sources est déterminée à partir de la vitesse de propagation de l'onde acoustique préalablement déterminée pour le matériau étudié et les temps d'arrivée de l'onde au niveau de chaque capteur. Dans le cas où on utilise deux capteurs, la localisation est unidirectionnelle. La méthode la plus utilisée pour déterminer la vitesse de propagation est celle de Hsu-Nielsen [180] qui consiste à simuler des sources d'émission acoustique en cassant des mines de crayon sur la surface du matériau. La connaissance de la position de la source simulée par rapport aux capteurs ainsi que la différence des temps d'arrivée permettent de déterminer la vitesse de propagation de l'onde.

## **IV.3. Descripteurs des signaux d'émission acoustique**

Chaque signal d'émission acoustique enregistré peut être caractérisé par un ensemble de paramètres appelés descripteurs. La détermination de ces descripteurs ne nécessite pas forcément la numérisation des formes d'onde. On peut les calculer dans le domaine temporel (à partir du signal) (figure I.32.a), dans le domaine fréquentiel (via une transformée de Fourier rapide du signal) (figure I.32.b) et même dans le domaine temps-fréquence en effectuant par exemple une décomposition en paquets d'ondelettes [181]. La dernière catégorie de descripteurs nécessite la numérisation des formes d'onde.

Les descripteurs les plus utilisés sont :

- L'amplitude maximale (dB) : elle correspond à l'amplitude crête du signal, elle est calculée à partir de l'amplitude  $V_{\max}$  mesurée (en Volts) par la relation :  $A=20 \log(V_{\max}/V_{\text{ref}})$  où  $V_{\text{ref}}$  est la tension de référence (1  $\mu$ Volt au capteur).
- L'énergie du signal (aJ) : correspond à l'intégrale du carré de la tension sur la durée du signal.
- Le temps de montée ( $\mu$ s) : durée entre le premier dépassement du seuil et le moment où l'amplitude crête est atteinte.
- La durée ( $\mu$ s) : durée entre le premier et le dernier dépassement du seuil.
- Le nombre de coups : correspond au nombre de dépassement du seuil pendant la durée du signal.
- Barycentre fréquentiel (kHz) : fréquence pour laquelle la moitié de l'énergie du spectre est obtenue.
- Fréquence pic (kHz) : fréquence correspondant au maximum de l'amplitude du spectre.
- Puissance partielle (%) : proportion d'énergie du spectre contenue dans les plages de fréquences définies par l'utilisateur.

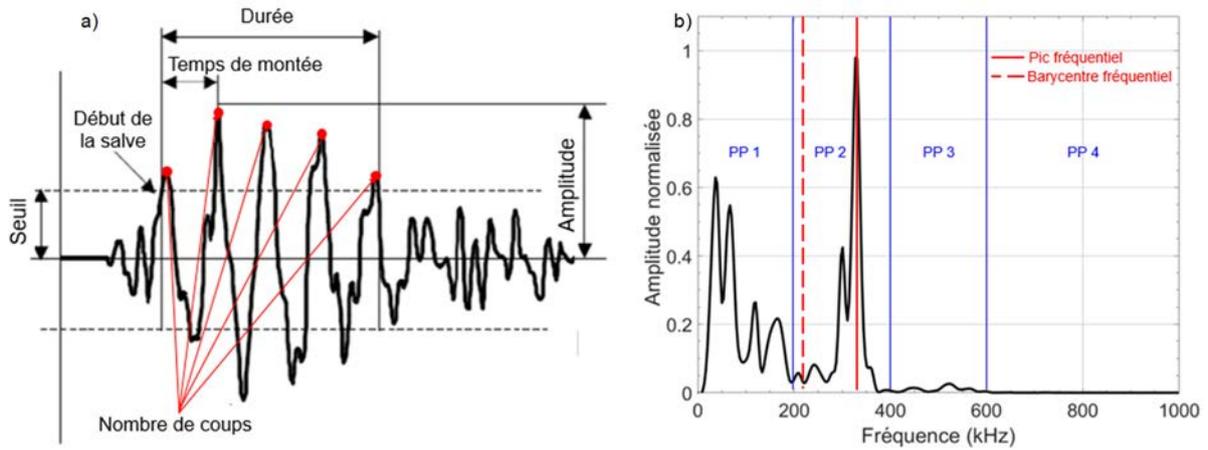


Figure I.32. Principaux descripteurs d'EA calculés. a) dans le domaine temporel ; b) dans le domaine fréquentiel.

Afin de mieux caractériser les signaux d'EA, Moevus *et al.* [182] ont proposé d'autres descripteurs. Ces derniers sont obtenus en combinant les descripteurs calculés par le système, on peut par exemple citer les ratios amplitude/durée, amplitude/temps de montée.

#### IV.4. Suivi de l'endommagement par émission acoustique

L'utilisation de l'émission acoustique permet d'avoir des informations sur la dynamique et la sévérité de l'endommagement et de définir les temps d'endommagement critiques. Pour ce faire, un certain nombre d'indicateurs d'endommagement peuvent être calculés à partir des paramètres d'EA. L'analyse la plus simple est de tracer le nombre cumulé de signaux ou l'énergie cumulée en fonction du temps/déformation. Cette représentation permet de visualiser la dynamique de l'endommagement (figure I.33).

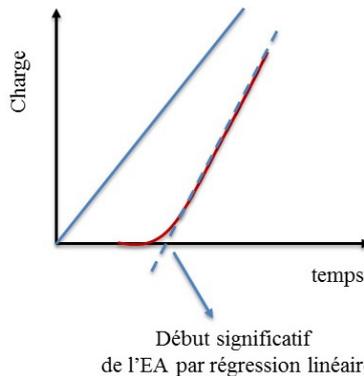


Figure I.33. Détermination du début de l'endommagement [179].

D'autres indicateurs calculés à partir de l'énergie permettent d'estimer la dégradation du matériau. Fowler [183] a proposé deux indicateurs qui permettent d'évaluer la criticité des défauts sur des cuves métalliques :

- La sévérité ( $S_r$ ) : correspond à la valeur moyenne du descripteurs signal strength des  $j$  signaux les plus énergétiques. Elle est définie par la relation :

$$S_r = \frac{1}{j} \sum_{i=1}^j S_i \tag{Equation I.11}$$

où

$S_i$  : le signal strength du  $i$ ème signal

$J$  : nombre de signaux ayant les valeurs du signal strength les plus élevées.

- L'Historic Index (HI) : qui est une mesure du changement du descripteur signal strength.

Il est défini par :

$$HI = \frac{n}{n-K} \frac{\sum_{i=K+1}^n S_i}{\sum_{i=1}^n S_i} \quad \text{Equation I.12}$$

où

$n$  : nombre de signaux

$K$  : facteur empirique qui dépend du nombre de signaux.

Moevus *et al.* [182] ont mis en place un indicateur d'endommagement pour des essais de fatigue statique appelé coefficient d'émission  $R_{AE}$ . Il correspond à l'incrément d'énergie libérée  $\Delta E_{EA}$  durant un incrément de temps  $\Delta t$ , divisé par l'énergie libérée pendant la première mise en charge initiale  $E_{ch}$ . Il est défini comme suit :

$$R_{AE} = \frac{1}{E_{ch}} \frac{\Delta E_{EA}}{\Delta t} \quad \text{Equation I.13}$$

Racle *et al.* [184] ont proposé de calculer le rapport  $R_{CD}$ , défini par l'équation I.14. Il correspond au rapport entre l'énergie acoustique cumulée libérée lors de la phase de charge et celle libérée lors de la phase de décharge pour un essai de fatigue cyclique :

$$R_{CD} = \frac{\sum_{i=1}^N E_{EA}(charge)}{\sum_{i=1}^N E_{EA}(decharge)} \quad \text{Equation I.14}$$

Afin de comparer l'énergie mécanique à l'énergie acoustique libérée, Minak [185] a introduit la *sentry-function* (SF). Pour une déformation donnée, ce facteur correspond au rapport entre l'énergie mécanique  $E_m$  (correspondant à l'aire sous la courbe mécanique) et l'énergie acoustique cumulée  $E_{EA}$  enregistrée au même niveau de déformation. Usuellement, ce sont les variations de cette fonction qui sont étudiées [186]. Elle est définie par l'équation suivante :

$$SF(\varepsilon) = \ln \frac{E_m(\varepsilon)}{E_{EA}(\varepsilon)} \quad \text{Equation I.15}$$

La figure I.34 issue de l'étude de Monti [187] présente un exemple d'évolution de la *sentry function* (SF) calculée lors d'un essai de traction monotone sur un composite unidirectionnel lin/Elium ([0]<sub>s</sub>). L'analyse de la *sentry function* met en évidence une première phase décroissante corrélée avec la fin de la première partie linéaire de la courbe de traction. Par la suite, l'endommagement se développe au sein de l'éprouvette, comme en témoigne l'allure très discontinue de la *sentry function*, mais l'allure de la courbe devient globalement croissante. Cette variation est liée à la rigidification du composite. Enfin, la *sentry function* atteint son maximum et diminue drastiquement, preuve de l'apparition d'évènements sévères et d'une augmentation importante de l'activité acoustique. La rupture complète de l'éprouvette s'est produite peu de temps après.

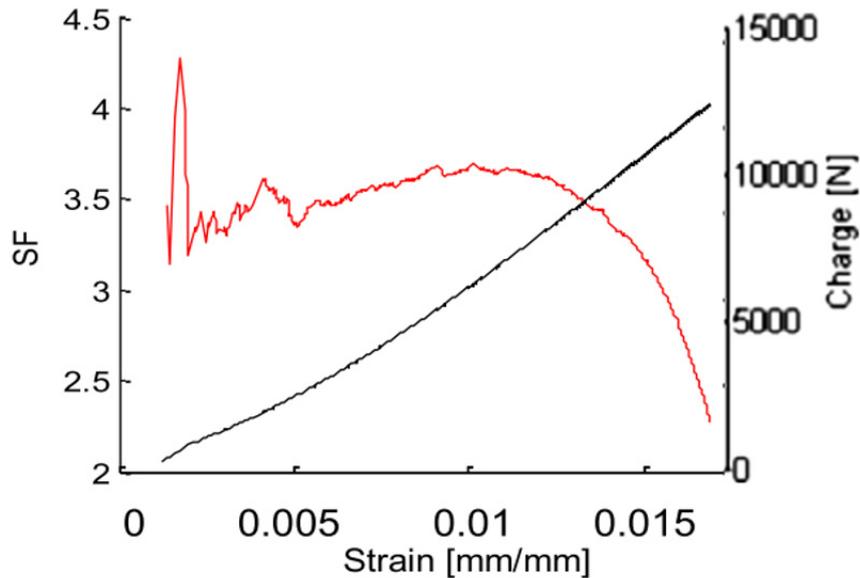


Figure I.34. Exemple d'évolution de la sentry fonction (SF) en fonction de la déformation pour un composite unidirectionnel lin/Elium ( $[0]_5$ ) sollicité en traction monotone [187].

La caractérisation de l'endommagement en fatigue des composites à fibres végétales par émission acoustique n'a pas fait l'objet d'un grand nombre d'études. Pandita *et al.* [143] par exemple, ont identifié le scénario d'endommagement d'un composite tissé verre/époxy sollicité en fatigue (traction-traction) en se basant sur l'évolution du nombre cumulé d'évènements d'EA. Ils ont trouvé que l'endommagement évolue en trois phases.

De Rosa *et al.* [75] ont analysé le comportement post-impact en flexion cyclique d'un composite à matrice polyester renforcée par des mats de chanvre. Ils ont montré que les niveaux de charges élevés sont caractérisés par un nombre plus important de ruptures de fibres (figure I.35).

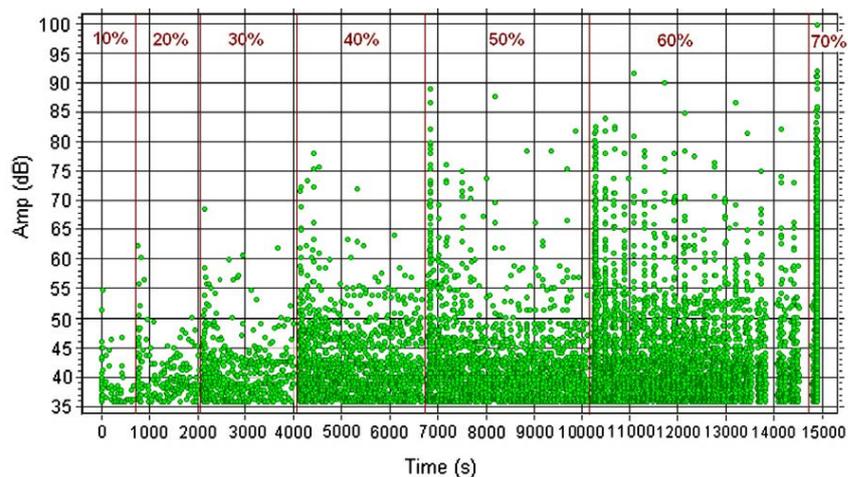


Figure I.35. Evolution de l'amplitude des signaux d'EA en fonction du temps, lors d'un essai de flexion cyclique après impact d'un composite chanvre/polyester [74]. Les pourcentages sur la courbe représentent les niveaux de chargement.

## IV.5. Identification de la signature acoustique des mécanismes d'endommagement des composites par émission acoustique

L'intérêt principal d'utiliser l'EA est de comprendre la cinétique d'évolution des mécanismes d'endommagement qui entrent en jeu lors de la sollicitation mécanique des matériaux composites. Les techniques de classification permettent de regrouper les signaux d'EA enregistrés en classes, qui peuvent ensuite être reliées aux mécanismes sources.

L'approche la plus simple pour séparer les signaux est celle basée sur un seul paramètre d'EA (approche mono-paramétré). De nombreuses études ont montré que les mécanismes d'endommagement peuvent être identifiés à partir de l'amplitude des signaux d'EA [19, 64] [188-189]. En effet, chaque mode de ruine est associé à une gamme d'amplitude spécifique: de 40 dB à 60 dB pour la fissuration matricielle, de 45 dB à 70 dB pour la décohésion fibre/matrice, de 60 dB à 100 dB pour les ruptures de fibres et 62 dB pour le délaminage.

Les gammes d'amplitude présentent souvent des recouvrements et rendent incertaine l'attribution d'un signal à un mécanisme. De plus, Ni *et al.* [190] ont montré que l'amplitude des signaux dépend fortement de la distance de propagation, ce qui rend cette approche peu fiable pour bien segmenter les signaux d'EA.

Afin de contourner ce problème, certains chercheurs se sont retournés vers les techniques de reconnaissance de forme non-supervisées basées sur des analyses multi-variables pour classer les signaux [14, 191-195]. Dans cette approche, le partitionnement des jeux de données se fait sans connaître *a priori* le nombre de classes à la sortie. Les signaux de caractéristiques similaires sont regroupés ensemble et le choix du nombre de classes optimal se fait généralement à l'aide de critères mathématiques [179]. L'algorithme des k-moyennes proposé par McQueen [196] est l'algorithme de classification non-supervisée le plus couramment utilisé de par sa simplicité.

Ces méthodes ont permis d'identifier et d'attribuer des signatures acoustiques aux mécanismes complexes d'endommagement de composites renforcés par des fibres végétales lors de sollicitations mécaniques. A titre d'exemple, Bravo *et al.* [191] ont proposé une classification des signaux d'EA enregistrés lors d'essais de traction sur un composite bois/PP par la méthode des k-moyennes. Trois descripteurs temporels ont été considérés pour la segmentation des signaux (amplitude, durée et nombre de coups). Les auteurs ont obtenu des classes bien séparées selon ces trois paramètres pour les événements correspondant à la fissuration matricielle, aux décohésions fibre/matrice et aux ruptures de fibres.

Monti *et al.* [14] ont également utilisé cet algorithme pour segmenter les signaux d'EA récoltés lors de la caractérisation en traction d'un composite lin/Elium. Dans leur étude, ils n'ont considéré que des descripteurs temporels (amplitude, énergie, durée, temps de montée et nombres de coups). Trois ou quatre groupes de signaux ont été observés (selon l'orientation étudiée), correspondant à la fissuration de la matrice, aux décohésions fibre/matrice, au délaminage et à la rupture et l'extraction des fibres (figure I.36).

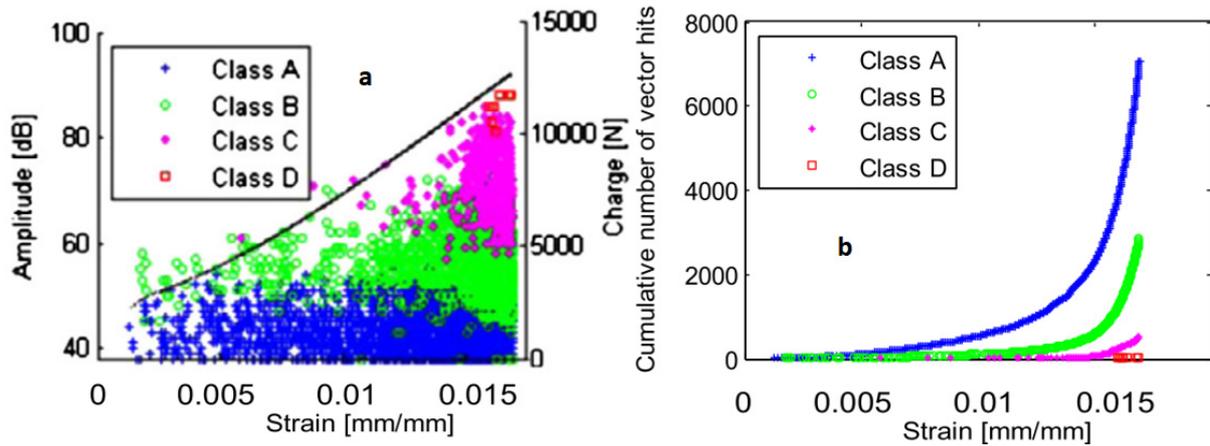


Figure I.36. Résultat de classification obtenu pour un composite unidirectionnel lin/Elium ([0]<sub>5</sub>) sollicité en traction monotone. a) Evolution de l'amplitude de chaque classe et la charge en fonction de la déformation ; b) Cinétique d'évolution des différentes classes en fonction de la déformation [14].

Certains chercheurs se sont intéressés à l'analyse du contenu fréquentiel des signaux afin d'attribuer une fréquence spécifique à chaque mécanisme d'endommagement [197-200]. Les hautes fréquences sont souvent attribuées aux ruptures de fibres, les fréquences intermédiaires aux décohésions fibre/matrice et au délaminage et les faibles fréquences sont attribuées à la fissuration matricielle.

Toutefois, Oz *et al.* [201] ont travaillé sur le suivi par EA de l'endommagement de composites verre/époxy sollicités en traction et ils ont montré que les fissurations matricielles transverses peuvent générer des signaux de haute fréquence.

Tenir compte à la fois des descripteurs temporels et fréquentiels pour la classification des signaux d'EA permet d'avoir une segmentation plus riche et d'identifier de manière plus facile la signature acoustique des mécanismes sources comme l'ont montré Njuhovic *et al.* [202] dans leur travail réalisé sur des composites verre/époxy (figure I.37).

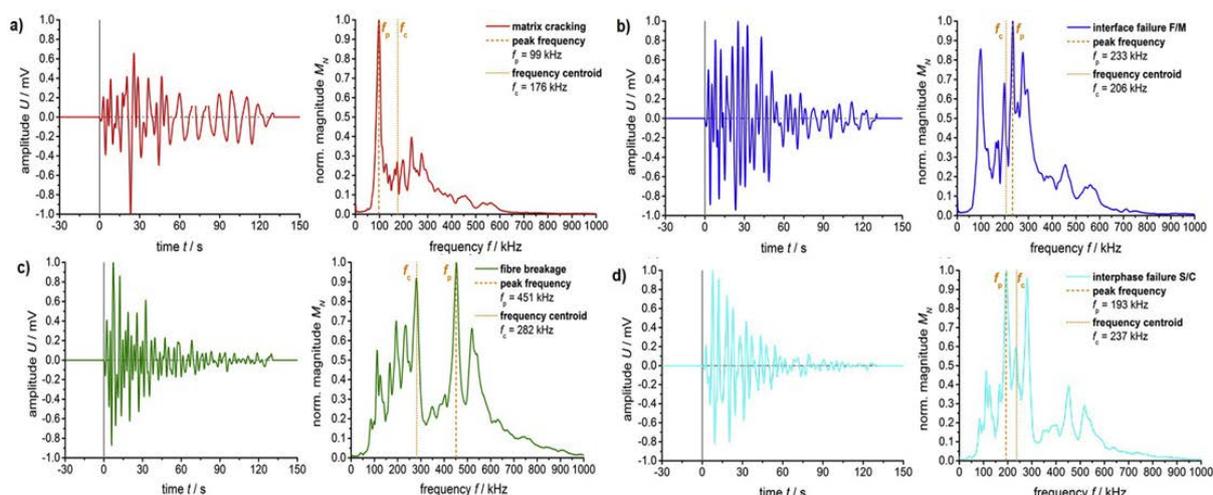


Figure I.37. Exemple de signatures acoustiques (salve et spectre fréquentiel) obtenues pour les différents mécanismes d'endommagement d'un composite verre/époxy sollicité en traction monotone. a) Fissuration matricielle ; b) Décohésion fibre/matrice ; c) Rupture de fibre ; d) Délaminage [202].

La sélection des descripteurs pour la classification est une étape cruciale pour les méthodes de reconnaissances de forme non-supervisées. En effet, la segmentation finale des signaux en dépend directement. Certains travaux font des analyses préliminaires de corrélation entre les descripteurs [203]. Cette analyse permet d'éliminer les descripteurs redondants donc de réduire les temps de calcul sans affecter le résultat de la segmentation finale. Toutefois, elle ne donne aucune information quant à la pertinence du descripteur. Sachant qu'un descripteur pertinent est celui qui présente des valeurs similaires lorsque les signaux sont de même nature et des valeurs différentes pour des signaux de nature différentes.

Des techniques de sélection de descripteurs (*Feature selection techniques*) ont été développées pour définir le degré de pertinence de chaque descripteur. On peut citer par exemple le Score Laplacien [204] et le multi-cluster feature selection [205]. Ces facteurs ont été initialement développés pour des problèmes de reconnaissance de forme non-supervisée dans le domaine du traitement d'images mais certains chercheurs les ont adaptés pour les matériaux composites [206-207]. On peut citer par exemple le travail de Li *et al.* [206] qui ont effectué une classification par la méthode des k-moyennes des signaux récoltés lors du suivi de l'endommagement d'un matériau composite bidirectionnel carbone/époxy. Les auteurs ont considéré 9 descripteurs pour représenter les signaux, mais grâce au SL et à l'analyse de corrélation, ils ont conservé 4 descripteurs pertinents pour la classification (amplitude, pic fréquentiel, barycentre fréquentiel et le ratio temps de montée/amplitude). Une bonne segmentation des signaux a été obtenue avec des classes bien séparées dans les plans des descripteurs conservés (figure I.38).

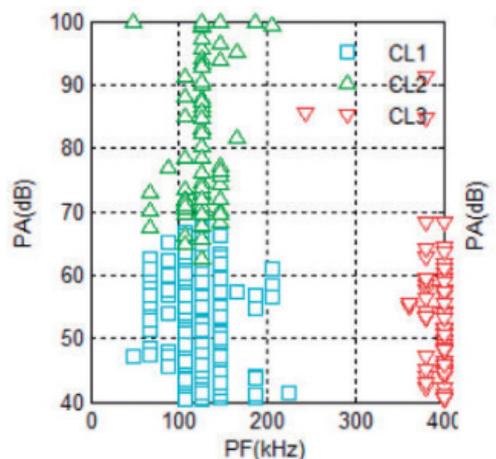


Figure I.38. Représentation des trois classes obtenues dans le plan amplitude (fréquence pic) [206].

Une autre approche pour l'identification de la signature acoustique des mécanismes d'endommagement consiste à utiliser des classifications supervisées. Cette approche consiste à labelliser des signaux inconnus à partir d'une bibliothèque contenant les signatures acoustiques des différentes sources [179, 192, 220]. L'enjeu réside principalement dans la création de la bibliothèque. Cette dernière peut être créée à partir des résultats de classifications non-supervisées ou d'essais sur des matériaux modèles. Suivant la méthode de classification supervisée choisie, une phase d'apprentissage peut être nécessaire. Cette phase a pour but d'entraîner l'algorithme de classification à partir de la bibliothèque afin d'identifier les différentes signatures acoustiques. Le principal avantage des classifications supervisées est de pouvoir associer des signaux d'EA aux mécanismes sources en temps réel.

La méthode des K-plus proches voisins est la plus utilisée car elle ne nécessite pas de phase d'apprentissage. Elle consiste à attribuer un nouveau signal à la classe majoritaire parmi les K-plus proches voisins de ce signal. La valeur de K est déterminée par l'utilisateur. Cette méthode a été appliquée par Godin *et al.* [192] pour identifier les mécanismes d'endommagement sur un composite verre/polyester sollicité en traction monotone. La bibliothèque a été créée à partir d'essais sur des matériaux modèles.

La plupart des autres méthodes de classification supervisée nécessitent une phase d'apprentissage. On peut citer par exemple la méthode de classification par l'utilisation d'une forêt d'arbres décisionnels [221] (*Random forest*). Cette méthode se base sur une forêt d'arbres décisionnels qui subissent une phase d'apprentissage via la bibliothèque. Chaque signal inconnu parcourt l'ensemble des arbres qui propose une labellisation. Le signal est ensuite attribué à la classe ayant reçu le plus de votes de la part des arbres décisionnels [220].

#### **IV.6. Labellisation des classes d'EA en approche non-supervisée et validation**

L'une des principales limites à l'identification de la signature acoustique des différents mécanismes d'endommagement est la labellisation des classes d'EA. Une grande partie des travaux s'appuie sur des gammes d'amplitude ou sur des résultats obtenus sur d'autres matériaux pour labelliser les classes. Or, la technique d'émission acoustique est dépendante du matériel d'acquisition utilisé notamment le type de capteur. Elle dépend aussi du matériau étudié ainsi que des dimensions des éprouvettes testées. Les travaux de modélisation menés par Le Gall [209] mettent en évidence cette limitation.

La labellisation des classes d'EA peut être réalisée :

- En utilisant des résultats obtenus sur des matériaux modèles [195]. Cette approche est délicate car elle nécessite un changement d'échelle. De plus, les milieux de propagation diffèrent ce qui modifie les signaux

- Par la modélisation de l'émission acoustique [224]. Cette méthode est cependant complexe à mettre en œuvre notamment pour les matériaux composites

- Par la multi-instrumentation [215, 225]. Cette approche nécessite l'utilisation simultanée de plusieurs techniques de caractérisation plus ou moins difficiles à exploiter. Cependant, elle permet d'obtenir un grand nombre d'informations sur les mécanismes d'endommagement.

En outre, l'une des techniques qui permet d'associer les classes aux différents mécanismes d'endommagement, est basée sur la réalisation d'essais *in-situ* [215, 226]. En effet, ce type d'essais permet de visualiser l'endommagement de la microstructure à différents stades de sollicitation et ainsi d'établir une chronologie d'apparition des différents modes d'endommagement.

## V. Suivi de l'endommagement par des essais in-situ

### V.1. Micro-tomographie 3D aux rayons X

La micro-tomographie par rayons X ( $\mu$ -tomographie RX) (figure I.39) permet de créer une représentation tridimensionnelle d'un objet et de visualiser sa structure interne. Des rayons X traversent l'échantillon, positionné sur une platine motorisée, qui subit une rotation avec un pas angulaire prédéfini par l'utilisateur. Le rayonnement transmis après la traversée du matériau est enregistré, à intervalle angulaire régulier, sous la forme de radiographies. Ces données permettent une reconstruction mathématique d'une section et/ou d'un volume numérique de l'échantillon [177].

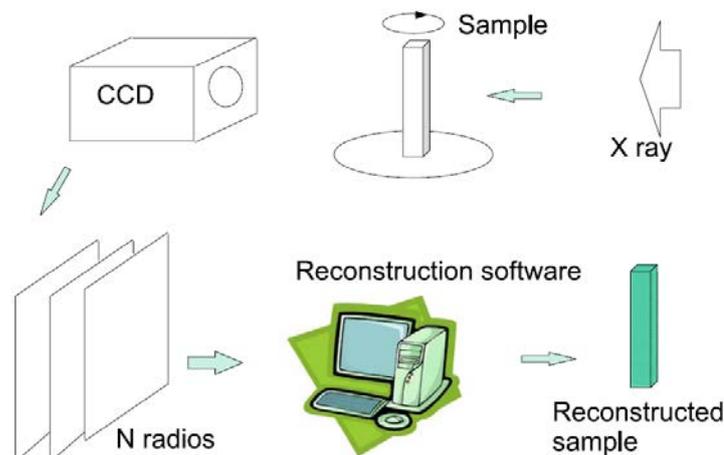


Figure I.39. Représentation d'une acquisition micro-tomographie par rayons X [210].

La  $\mu$ -tomographie RX est utilisée dans le suivi d'endommagement de la microstructure. Des systèmes d'essais (principalement de traction) spécialement conçus à cet effet sont mis en place sur la platine de rotation. Des acquisitions à différents niveaux de chargement sont réalisées. Le plus souvent, les temps d'acquisitions nécessitent d'effectuer des paliers de chargement afin d'obtenir des reconstructions représentatives d'un état de sollicitation.

Dans le cas des CMO, cette technique a permis d'observer des endommagements à de faibles résolutions : des microfissurations matricielles [211], des décohésions fibre/matrice [212], des délaminages [211] et même des ruptures de fibres [213]. Cependant, on recense très peu de travaux utilisant cette approche pour identifier la chronologie d'apparition des mécanismes d'endommagement des composites renforcés par des fibres végétales. La figure I.41 issue de l'étude de Rask *et al.* [213] illustre un exemple de résultats obtenus lors d'un essai de traction *in-situ* sur un composite unidirectionnel lin/polypropylène.

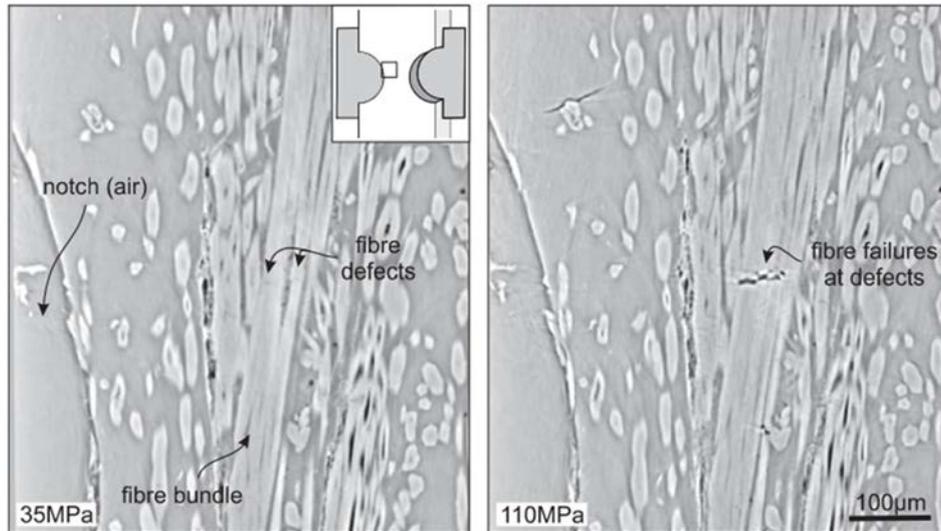


Figure I.40. Visualisation tomographique d'une rupture de fibre lors d'un essai de traction *in-situ* sur un composite lin/polypropylène [213].

Toutefois, les essais *in-situ* sous tomographe nécessitent des éprouvettes de petites dimensions. Pour les matériaux composites, ces dimensions sont la plupart du temps inférieures au volume élémentaire représentatif (VER). Ceci constitue la limite principale de cette approche.

## V.2. Corrélation d'images 2D

L'objectif de la technique de corrélation d'images est d'identifier les champs de déplacements entre l'image d'un état de déformation et l'image de référence. La technique consiste donc à suivre le déplacement des pixels des images grâce aux niveaux de gris sur les fenêtres de corrélation associées à ces pixels. Pour un pixel de vecteur position  $\vec{X}$  sur l'image de référence, le niveau de gris de ce pixel est défini par la fonction  $f(\vec{X})$ . Sur l'image déformée, ce pixel s'est déplacé du vecteur déplacement  $\vec{U}(\vec{X})$  et se retrouve donc en position  $\vec{X} + \vec{U}(\vec{X})$ . Sur cette image déformée, son niveau de gris est défini par la fonction  $g[\vec{X} + \vec{U}(\vec{X})]$ .

L'idée de la corrélation d'images est de retrouver, sur l'image déformée, le pixel de même niveau de gris que l'image de référence. Mais ceci n'est pas possible puisque plusieurs pixels peuvent présenter le même niveau de gris. Le principe est donc de retrouver le pixel grâce à son niveau de gris et à celui de ses voisins dans une fenêtre de corrélation définie autour de ce pixel.

Le vecteur déplacement  $\vec{U}(\vec{X})$  est alors identifié en minimisant la fonction de corrélation  $C$  (équation I.16). La fonction de corrélation  $C$  représente la différence de niveau de gris du pixel et de ses voisins dans la fenêtre de corrélation entre l'image de référence et l'image déformée [214].

$$C = \int (f(\vec{X}) - g[\vec{X} + \vec{U}(\vec{X})])^2 d\vec{X} \quad \text{Equation I.16}$$

La technique de la corrélation d'images offre également la possibilité d'observer les endommagements activés lors de la sollicitation mécanique à travers l'analyse des résidus de corrélation d'images. En effet cela permet la détection de brusques discontinuités entre images

telles que des fissures qui sont apparues lors du chargement. Dans le cas des CMO, cette technique peut s'avérer pertinente dans la détection des fissurations sur la face des éprouvettes [23, 201].

Le principal avantage de cette technique est qu'elle permet de suivre l'endommagement sur des éprouvettes macroscopiques contrairement aux essais *in-situ* sous tomographe. Toutefois, elle permet d'avoir une information uniquement sur la surface de l'éprouvette.

## **VI. Synthèse de l'étude bibliographique**

Cette partie a permis d'établir en premier temps un état de l'art des principaux travaux effectués sur les composites renforcés par des fibres végétales et plus particulièrement les fibres de jute sous sollicitation quasi-statique et en fatigue cyclique.

Concernant la caractérisation quasi-statique, la plupart des études réalisées sur les composites jute/polymère sont consacrées à l'identification des propriétés mécaniques sous différents modes de sollicitations : traction, compression, flexion. On recense également beaucoup de travaux menés sur l'effet de la fraction volumique des fibres, du traitement des fibres et du vieillissement sur les propriétés mécaniques de ces composites. Les résultats diffèrent beaucoup d'une étude à l'autre. Cette dispersion est due à différents facteurs tels que la nature de la matrice, la nature des fibres de jute (conditions climatiques, saison de récolte, etc.) et les procédés et conditions d'élaborations.

En ce qui concerne l'étude du comportement en fatigue cyclique, la plupart des travaux sont menés sur des composites renforcés par des fibres de lin ou de chanvre. Ils sont majoritairement portés sur la caractérisation du diagramme de durée de vie des composites (courbes de Wöhler) et l'effet des paramètres d'essais ( $f$ ,  $R$  et  $V_f$ ) sur la cinétique de dégradation en fatigue.

Toutefois, peu d'auteurs se sont intéressés jusqu'ici à la caractérisation des scénarios d'endommagement de ces composites sous chargement quasi-statique et répété. L'optimisation des propriétés mécaniques permettant de développer l'utilisation de ces matériaux dans des structures industrielles nécessite d'approfondir la compréhension de l'endommagement de leur microstructure.

En outre, des techniques *in-situ* de caractérisation de l'endommagement des composites telles que la mesure des paramètres mécaniques lors d'essais cyclés et/ou de fatigue (module élastique sécant, frottement interne et déformation résiduelle), l'émission acoustique, la  $\mu$ -tomographie à rayon X ainsi que la corrélation d'image ont été abordées dans ce chapitre. Les avantages ainsi que les limites de chacune de ces techniques sont mises en évidence :

- La mesure des paramètres mécaniques permet d'avoir une information globale sur l'évolution de l'endommagement. En effet, elle nous permet d'identifier des phases d'évolution de l'endommagement mais elle ne fournit aucune information quant à la nature de celui-ci
- L'émission acoustique offre la possibilité d'avoir une information volumique en temps réel sur l'endommagement d'un composite sollicité mécaniquement. Elle permet en outre

d'identifier la signature acoustique des mécanismes d'endommagement. Cependant, elle présente des limites sur la segmentation des signaux d'émission acoustique et sur la labellisation des classes obtenues. En effet, la segmentation s'effectue par des méthodes de reconnaissance de forme non-supervisées et nécessite un choix judicieux des descripteurs pour la réaliser. La labellisation des classes nécessite des analyses complémentaires

- La tomographie à rayons X permet de visualiser l'endommagement dans le volume des échantillons, elle permet également de suivre l'évolution *in-situ* de l'éprouvette sous sollicitation mécanique. Ainsi, elle fournit des informations quant à la chronologie de l'endommagement. Cependant, cette approche nécessite des éprouvettes de petites dimensions pour réaliser les essais *in-situ*, qui sont en général inférieures au volume élémentaire représentatif (VER). Ce point constitue la limite principale de cette technique.

- La technique de corrélation d'images 2D permet contrairement aux essais *in-situ* sous tomographe de réaliser le suivi de l'endommagement sur des éprouvettes représentatifs du comportement du matériau. Cependant, elle fournit une information uniquement surfacique sur le développement de l'endommagement.

## VII. Objectif et démarche de l'étude

Cette étude a pour objectif de caractériser l'endommagement d'un composite tissé jute/polyester en cours de développement. La caractérisation est effectuée en traction et en compression monotones ainsi qu'en fatigue cyclique. Les matériaux de l'étude sont élaborés au Laboratoire des Matériaux Non Métalliques de l'Université de Sétif 1 en Algérie. Deux orientations ont été considérées :  $[0]_8$  et  $[+45/-45]_{2s}$ . La caractérisation de l'endommagement est réalisée par multi-instrumentation. Cinq techniques complémentaires sont utilisées : l'évolution des propriétés mécaniques, la microscopie (électronique à balayage et optique), la  $\mu$ -tomographie RX, l'émission acoustique et la corrélation d'images 2D.

L'évolution des propriétés mécaniques des composites ainsi que l'activité acoustique globale sont tout d'abord présentées via des essais de traction et de compression cyclées. Ensuite, les mécanismes d'endommagement après rupture des éprouvettes sollicitées en traction et compression monotones sont identifiés finement en utilisant les techniques microscopiques et la  $\mu$ -tomographie RX. Concernant l'émission acoustique, une méthodologie de reconnaissance de forme non-supervisée est utilisée en mettant l'accent sur deux étapes cruciales de l'analyse : le choix des descripteurs pour la segmentation des signaux d'EA et la labellisation des classes obtenues. En effet, pour le choix des descripteurs, un facteur permettant de calculer la pertinence de ces derniers est utilisé. Pour la labellisation des classes d'EA, une méthodologie est mise en place. Elle est basée à la fois sur :

- Des essais de traction interrompue accompagnés par des observations microstructurales
- Des essais de traction *in-situ* sous tomographe
- Les résidus de corrélation d'images 2D

Pour les essais de fatigue, quatre niveaux de contrainte sont considérés afin d'établir le diagramme de durée de vie des composites. L'évolution des paramètres mécaniques permet de

suivre globalement l'évolution de l'endommagement lors des essais de fatigue à différents niveaux de contrainte. Des observations par  $\mu$ -tomographie RX réalisées sur des échantillons des composites pour chaque niveau de chargement permettent de caractériser l'endommagement. Des traitements d'images sont réalisés afin de calculer la densité des fissurations matricielles pour chaque niveau de contrainte. Des essais interrompus en fatigue accompagnés par des analyses tomographiques ainsi que des essais instrumentés par corrélation d'images 2D permettent de caractériser l'évolution de l'endommagement lors d'un essai effectué à un niveau de contrainte intermédiaire. La cinétique d'évolution des modes d'endommagement par EA est obtenue par classification supervisée à l'aide du logiciel RF-CAM. Les résultats obtenus en traction monotone servent de base pour la création de la bibliothèque des signaux pour l'apprentissage.

L'ensemble de ces analyses va permettre de proposer un scénario d'endommagement pour les deux types de composites étudiés et pour les trois modes de sollicitation considérés.

---

# Chapitre II

## Matériaux et Méthodes

<b>I. COMPOSITE JUTE/POLYESTER.....</b>	<b>55</b>
I.1. RENFORT .....	55
I.2. MATRICE .....	55
I.3. FABRICATION DU COMPOSITE .....	56
I.4. PROPRIETES PHYSIQUES DU COMPOSITE .....	56
I.5. CARACTERISATION MICROSTRUCTURALE DU COMPOSITE.....	57
1.5.1. <i>Microscopie optique</i> .....	58
1.5.2. <i>Microscopie électronique à balayage</i> .....	58
1.5.3. <i>Micro-tomographie 3D aux rayons X</i> .....	59
<b>II. ESSAIS MECANIQUES.....</b>	<b>62</b>
II.1. CARACTERISATION DES CONSTITUANTS .....	62
II.2. CARACTERISATION DU COMPOSITE.....	64
II.2.1. <i>Essais de traction et de compression monotones</i> .....	64
II.2.2. <i>Essais de traction et de compression cyclés</i> .....	65
II.2.3. <i>Fatigue cyclique</i> .....	66
<b>III. EMISSION ACOUSTIQUE.....</b>	<b>67</b>
III.1. SYSTEME UTILISE .....	67
III.2. ANALYSE DES DONNEES D'EMISSION ACOUSTIQUE.....	68
III.2.1. <i>Analyse globale de l'endommagement</i> .....	68
III.2.2. <i>Identification de la signature acoustique des mécanismes d'endommagement par classification non supervisée</i> .....	70
III.2.3. <i>Analyse des mécanismes d'endommagement pas classification supervisée</i> .....	79
<b>IV. CORRELATION D'IMAGES 2D .....</b>	<b>80</b>
IV.1. DISPOSITIF EXPERIMENTAL .....	80
IV.2. TRAITEMENT DES RESULTATS.....	81

Ce second chapitre est consacré à la présentation du matériau de l'étude ainsi que des protocoles expérimentaux mis en place dans le cadre de la thèse.

La description du composite (constituants, élaboration et propriétés physiques) est abordée dans un premier temps. Ensuite, les différentes techniques de caractérisation microstructurale (microscopie optique, microscopie électronique à balayage et microtomographie à rayons X) sont présentées. La caractérisation du matériau à l'état initial est également détaillée dans cette partie.

La deuxième partie de ce chapitre est dédiée aux différentes procédures de réalisation des essais mécaniques sur les constituants et les matériaux composites.

La troisième partie expose les démarches entreprises lors de l'analyse des données de l'émission acoustique ainsi que la méthodologie mise en place pour labelliser les résultats obtenus par segmentation.

La dernière partie est consacrée à la description du protocole des essais de traction instrumentés par corrélation d'images.

## I. Composite jute/polyester

### I.1. Renfort

Le renfort de jute utilisé pour fabriquer les matériaux composites est un tissu équilibré de type Taffetas 1/1, dans lequel les fils de trame passent successivement au-dessus et au-dessous des fils de chaîne (figure II.1.a). Le tissu non traité est produit par l'entreprise Complexe de Jute E.P.E Bejaia, Algérie. Il est caractérisé par une densité surfacique (grammage) de 400 g/m<sup>2</sup>. Le fil de jute est composé de fibres de jute, d'un diamètre variant de 17 µm à 20 µm et d'une longueur variant de 1 m à 4 m [56]. Ces fils sont produits avec un angle de torsion à la surface du fil de 13° et une densité linéaire de 267 Tex ± 4 Tex. Les fils présentent une section transversale irrégulière. Saaidia *et al.* [56] ont pu estimer que le diamètre apparent du fil est de 860 µm ± 125 µm (figure II.1.b).

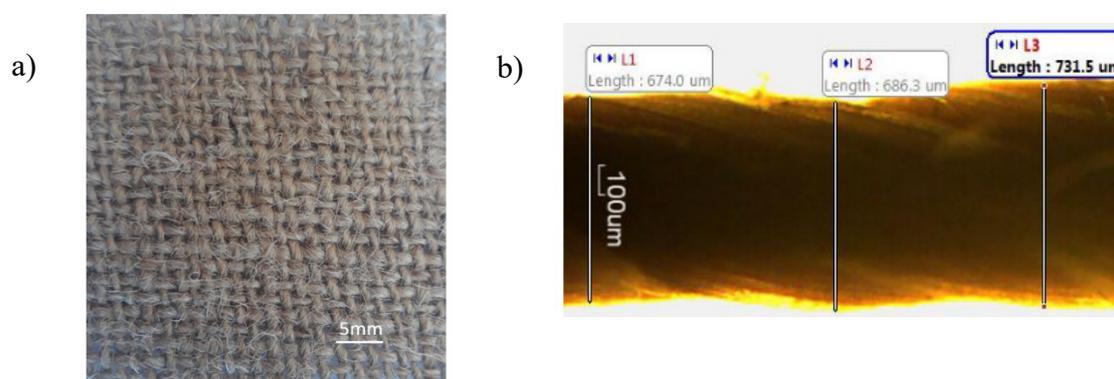


Figure II.1-a) Photo du tissu de jute, b) Détermination du diamètre de fil par MO [56].

### I.2. Matrice

La matrice utilisée est une résine polyester insaturée de type iso-phthalique PD-6191 fournie par l'entreprise Maghreb Pipe, M'sila, Algérie. Elle est destinée à la fabrication des systèmes de canalisation armée de fibres de verre (PRV). Les propriétés mécaniques de la matrice données par le fournisseur sont listées dans le tableau II.1.

Tableau II.1. Propriétés de la résine polyester d'après le fournisseur.

Masse volumique	1,08 g/cm <sup>3</sup>
Résistance en traction (ISO 527)	70 MPa
Allongement à rupture (ISO 527)	2,2 %
Résistance en flexion (ISO 178)	120 MPa
Module de flexion (ISO 178)	3,6 GPa

La matrice est constituée d'un mélange de résine PD-6191 et du durcisseur octoate de cobalt. Le rapport de masses entre ces deux constituants est de 100:1.

### I.3. Fabrication du composite

Les plaques composites jute/polyester sont fabriquées par moulage au contact au Laboratoire des Matériaux Non Métalliques (LMNM) à l'Université de Sétif 1, Algérie. C'est un procédé peu coûteux permettant de réaliser des structures de grandes dimensions.

Les plaques composites (figure II.2) sont constituées de 8 plis de tissu de jute. Les tissus sont utilisés sans traitement préalable. Ils sont pressés à chaud pour réduire leur épaisseur puis étuvés à une température de 120° C pendant 2h pour éliminer l'humidité hygroscopique. Après cela, les plis sont placés dans un moule ouvert en bois et la matrice est rajoutée pour les imprégner.

Afin d'éliminer les bulles d'air et assurer une homogénéité dans la répartition de la matrice, un débullage est effectué à l'aide d'un rouleau cannelé.

Le durcissement a lieu pendant 24h à température ambiante sous pression à l'intérieur du moule, puis, les plaques sont retirées et laissées à l'air libre pendant plusieurs jours pour continuer le processus de polymérisation. Les éprouvettes sont ensuite découpées au moyen d'une fraiseuse par la société Abilaur à Lyon. La découpe a été effectuée sans lubrification afin d'éviter le risque d'absorption de l'eau par les tissus de jute.



Figure II.2. Exemple d'une plaque composite fabriqué par moulage au contact.

### I.4. Propriétés physiques du composite

Deux types de stratifiés sont considérés dans cette étude selon l'orientation des tissus. Le premier, référencé par [0]<sub>8</sub> (noté JP\_0), possède les fils trame de chaque pli orienté à 0° par rapport au sens de chargement. Le deuxième, référencé par [+45/-45]<sub>2s</sub> (noté JP\_45), a les fils trame de chaque pli orienté d'une manière alternative à +45° et -45° par rapport au sens de chargement.

Le taux volumique des fibres ( $V_f$ ) dans les composites est déterminé par l'équation :

$$V_f = 1 - \frac{1}{\rho_m} \left( \rho_c - \frac{n_p W_f}{t} \right) \quad \text{Equation II.1}$$

où

- $\rho_m$  : masse volumique de matrice
- $\rho_C$  : masse volumique du composite
- $W_f$  : grammage du tissu
- $n_p$  : nombre de plis
- $t$  : épaisseur du composite

La masse volumique de la matrice polyester et celle du composite ont été calculées en utilisant l'équation II.2 basée sur la poussée d'Archimède. Les mesures sont réalisées à l'aide d'une balance haute précision.

$$\rho_e = \frac{m_{e_{air}}}{m_{e_{air}} - m_{e_{eau}}} d_{eau} \tag{Equation II.2}$$

avec

- $\rho_e$  : masse volumique de l'échantillon
- $m_{e_{air}}$  : masse de l'échantillon dans l'air
- $m_{e_{eau}}$  : masse de l'échantillon dans l'eau
- $d_{eau}$  : densité de l'eau = 0,997047 à 25°C

La masse volumique calculée pour la résine polyester est de  $1,11 \pm 0,08 \text{ g.cm}^{-3}$ .

Le grammage du tissu a été déterminé en pesant le tissu sec, l'épaisseur de la plaque composite a été mesurée à l'aide d'un pied à coulisse.

Le tableau II.2 récapitule les propriétés physiques du composite élaboré.

**Tableau II.2. Propriétés physiques des plaques composites jute/polyester.**

Masse volumique	$1,24 \pm 0,2 \text{ g.cm}^{-3}$
épaisseur	$8 \pm 0,2 \text{ mm}$
Taux volumique de fibres	$28 \pm 2 \%$

### **I.5. Caractérisation microstructurale du composite**

L'étude initiale de la microstructure du composite est une étape importante pour la caractérisation mécanique de ce dernier. En effet, elle nous permet d'avoir des informations sur l'organisation du renfort, la présence d'éventuels défauts ainsi que le taux de porosité.

Ainsi, des échantillons du composite ont été prélevés dans les plaques. La découpe a été réalisée à l'aide d'une scie diamantée avec une faible vitesse de coupe pour éviter d'endommager l'échantillon. Ensuite, les échantillons ont été polis à l'aide d'une polisseuse manuelle. Toutes les éprouvettes ont subi un polissage identique séquencé en plusieurs étapes dont le protocole est décrit dans le tableau II.3.

Tableau II.3. Protocole de polissage.

	Etape 1	Etape 2	Etape 3	Etape 4
Abrasif	P1200	Feutre	Feutre	Feutre
Lubrifiant	Eau	Solution diamantée 6 $\mu\text{m}$	Solution diamantée 3 $\mu\text{m}$	Solution diamantée 1 $\mu\text{m}$
Vitesse (tr/min)	300	150	150	150
Temps (s)	60	180	180	90

Après polissage, les échantillons sont lavés à l'éthanol puis séchés avant d'être observés au microscope optique (MO) et au microscope électronique à balayage (MEB).

### I.5.1. Microscopie optique

L'observation des sections polies a été réalisée avec un microscope optique ZEISS AxioPhot permettant un grossissement jusqu'à 1000 fois. Le logiciel AxioVision est utilisé pour la prise d'image.

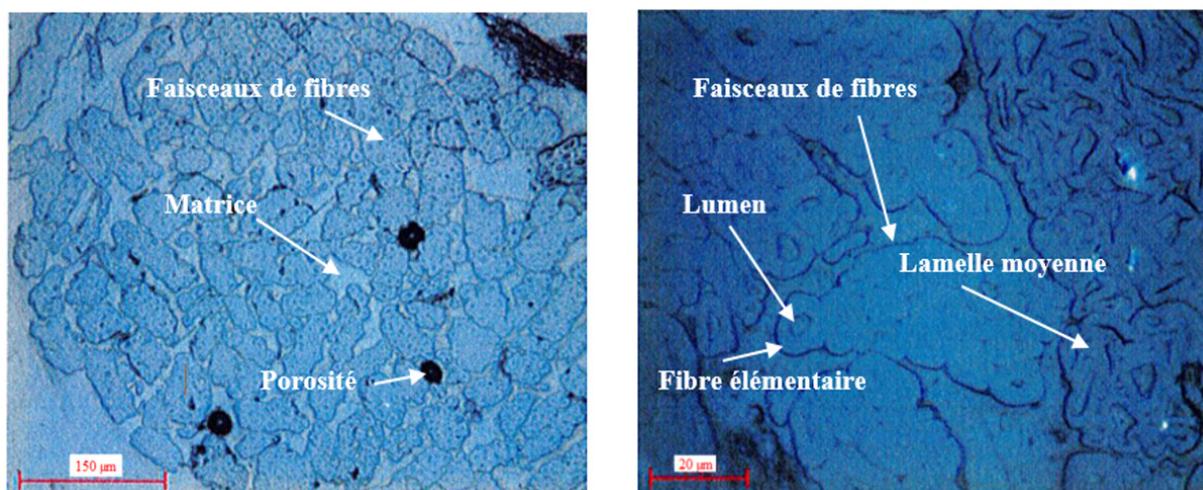


Figure II.3. Images obtenues par MO sur un échantillon de composite JP\_0 à l'état initial. a) à l'échelle du fil ; b) à l'échelle des faisceaux des fibres.

La figure II.3 présente une micrographie d'un échantillon de composite JP\_0 à l'état initial. Tout d'abord, l'analyse à l'échelle du fil (figure II.3.a) montre une bonne imprégnation des fils de jute. On note la présence de quelques porosités intrafil et de quelques décohésions faisceaux de fibres/matrice. La figure II.3.b présente une vue plus détaillée sur des faisceaux de fibres. On distingue bien les faisceaux de fibres ainsi que les fibres élémentaires reliées par la lamelle moyenne.

### I.5.2. Microscopie électronique à balayage

Le microscope électronique à balayage Zeiss Supra SEM (Allemagne) est utilisé pour l'observation des faciès de rupture et des sections polies. Toutes les observations sont faites sous vide et sans métalliser les échantillons afin d'éviter le risque de recouvrir les fissures avec le film déposé. En revanche, la non métallisation des échantillons nécessite l'utilisation d'une tension d'accélération très faible (1kV) et d'une distance de travail très petite (variant de 2 à 6

mm selon la profondeur de champ) pour éviter que les échantillons se chargent électriquement. La figure II.4 présente une photo MEB d'une section polie d'un échantillon de composite JP\_0 à l'état initial. Les décohésions fibre/matrice mentionnées précédemment sont bien visibles sur la photo MEB (label 1). Il est difficile de savoir si ces décohésions sont induites par la découpe et/ou le polissage ou si ce sont des défauts induits par l'élaboration du composite. En revanche, les fibres élémentaires séparées semblent être bien liées à la matrice (label 2).

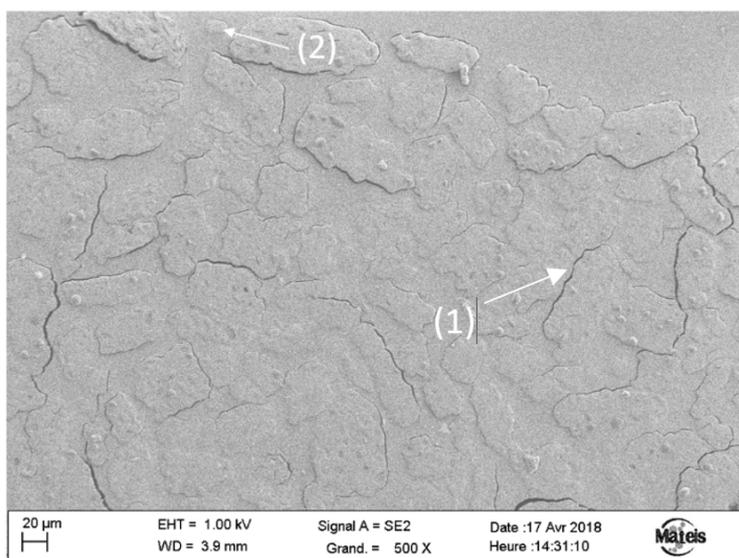


Figure II.4. Photo MEB d'un échantillon de composite JP\_0 à l'état initial.

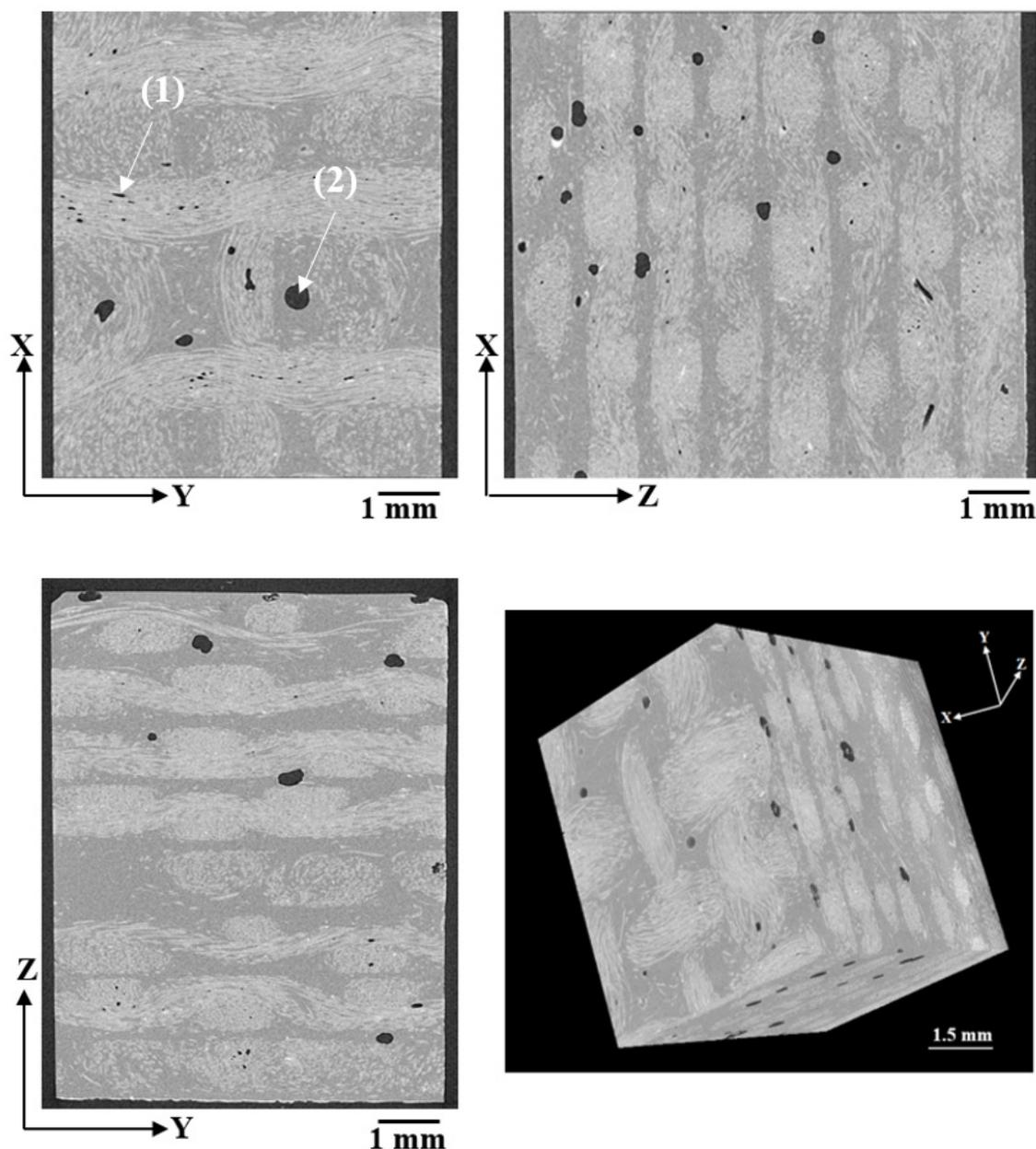
### I.5.3. Micro-tomographie 3D aux rayons X

Le  $\mu$ -tomographe utilisé dans cette étude pour les observations des échantillons après rupture est un v /tome/ x, Phoenix (Allemagne) disponible au laboratoire MATEIS. La tension du faisceau des rayons X a été fixée à 80 kV et l'intensité à 280  $\mu$ A. L'échantillon est en rotation et 1200 images sont prises au cours de l'acquisition.

La  $\mu$ -tomographie RX a permis de déterminer le taux de porosité du matériau. Trois échantillons de dimension  $6 \times 8 \times 8$  mm<sup>3</sup> prélevés de différentes plaques composites ont été scannés avec une résolution de 6  $\mu$ m.

Une fois obtenues, les radiographies sont traitées avec le logiciel ImageJ. La reconstruction 3D est réalisée à partir des coupes générées par le tomographe, en formant une image 3D de l'objet qu'on peut visualiser de différentes façons. Un exemple de la représentation 3D d'un échantillon du composite JP\_0 est présenté sur la figure II.5.

L'image reconstituée est formée de ce qu'on appelle voxels (pixels 3D). On peut bien distinguer sur les images les fils de jute et la matrice (voxels gris). La différence du niveau de gris qui représente les variations locales d'absorption des rayons X revient à la différence entre les masses volumiques des deux constituants. Les voxels complètement noirs, représentent des zones d'absorption nulle des rayonnements X à savoir les vides.



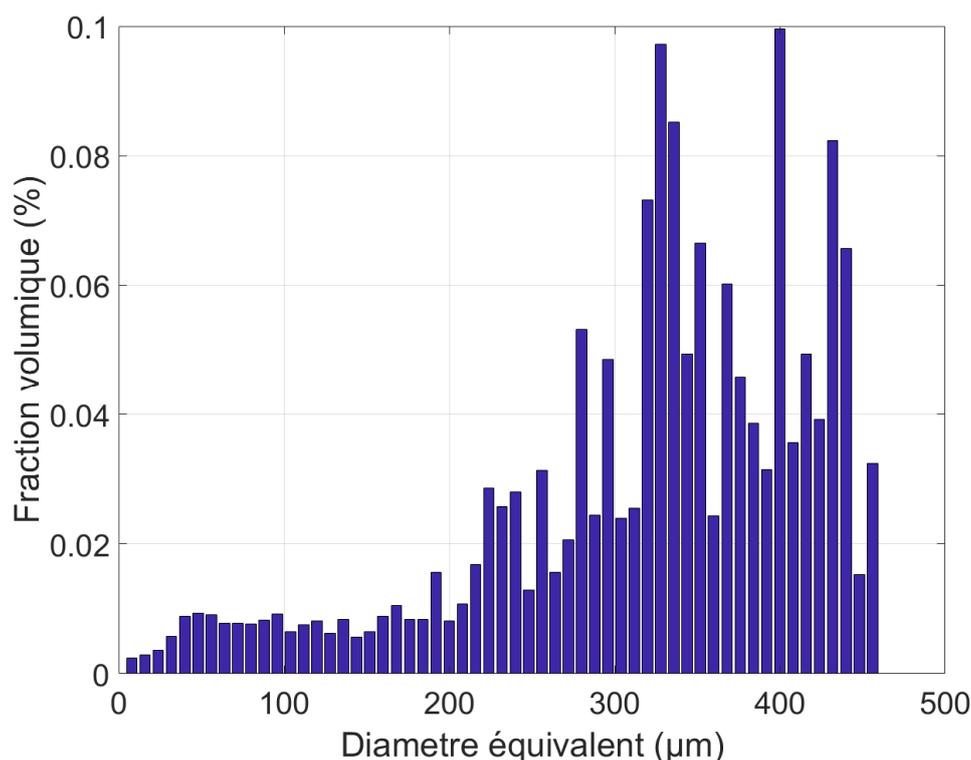
**Figure II.5.** Exemple d'une reconstruction 3D à partir d'observations par  $\mu$ -tomographie RX d'un échantillon de composite JP\_0 avec une résolution de 6  $\mu$ m.

La figure II.5 met en évidence la présence de deux types de porosités : des porosités intrafil de petite taille (label 1) et des macroporosités détectées dans la zone riche en matrice (label 2).

Afin d'isoler les porosités, un protocole de traitement d'images a été mis en place. Tout d'abord, les vides sont détectés par un seuillage manuel sur l'image de référence. Ensuite, une étape de labellisation qui consiste à étiqueter chaque porosité selon sa taille est effectuée. Après cela, on utilise un plug-in (Param 3D) développé à MATEIS qui permet de quantifier et de caractériser géométriquement chaque porosité. Plusieurs propriétés géométriques peuvent être calculées comme par exemple les coordonnées des barycentres de chaque porosité, le volume, le diamètre équivalent et la sphéricité des porosités. Toutes ces valeurs sont données en pixels/voxels ; connaissant la résolution d'observation, ces derniers peuvent être transformés

dans le système métrique. Dans le cas de ces observations, la résolution est de  $6 \mu\text{m}/\text{pixel}$  qui représente  $216 \mu\text{m}^3$ .

La figure II.6 présente un diagramme en bâtons où l'axe des abscisses présente le diamètre équivalent des porosités et l'axe des ordonnées la fraction volumique correspondante. La fraction volumique est calculée en divisant le volume des porosités ayant un diamètre donné sur le volume total de l'échantillon. La fraction volumique totale des vides est de  $2,3 \% \pm 0,23 \%$ .



**Figure II.6. Exemple d'un diagramme en bâtons du diamètre des porosités et de leurs fractions volumiques.**

La technique de la  $\mu$ -tomographie RX est principalement utilisée pour réaliser des analyses quantitatives et spatiales des endommagements (notamment les fissurations matricielles) après sollicitation mécanique. Pour ce faire, un autre protocole de traitement d'images utilisant des plug-in développés au sein du laboratoire MATEIS a été mis en place. Les différentes étapes sont présentées dans la figure II.7.

Sur l'image de référence (image 0), on réalise un seuillage pour isoler les porosités et les fissurations (voxel noir) du reste (matrice + fibre). Le résultat correspond à l'image 1. Puis, sur l'image 1, on effectue une érosion pour ne garder que les objets possédant une forme sphérique (macroporosité), on obtient l'image 2. Ensuite, on soustrait l'image 2 de l'image 1. On obtient l'image 3 qui contient les fissures et les porosités intrafil. Ensuite, pour isoler les fissures des porosités intrafils, on réalise une labélisation (étiquetage) de tous les objets de l'image 3. Pour chaque objet étiqueté on calcule alors des paramètres morphologiques en utilisant le plug-in « Param-3D ». Plus précisément, ce plug-in va en premier lieu définir un repère xyz à partir du volume total de l'échantillon analysé, puis va calculer le volume de chaque objet et créer un parallélépipède de même volume que celui-ci. Le centre de gravité ainsi que les trois

dimensions  $a$ ,  $b$  et  $c$  du parallélépipède sont déterminés avec  $a > b > c$ . A partir de ces distances, il est possible de déterminer des facteurs de forme  $F_{ab}$  (correspondant au rapport entre  $a$  et  $b$ ),  $F_{ac}$  (correspondant au rapport entre  $a$  et  $c$ ) et  $F_{bc}$  (correspondant au rapport entre  $b$  et  $c$ ). Enfin, en considérant que la fissure a la forme d'une « plaque fine » c'est-à-dire  $a \gg c$  et  $b \gg c$ , on peut les isoler en effectuant des filtrages sur les facteurs de forme  $F_{bc}$  et  $F_{ac}$ . Le résultat final correspond à l'image 4.

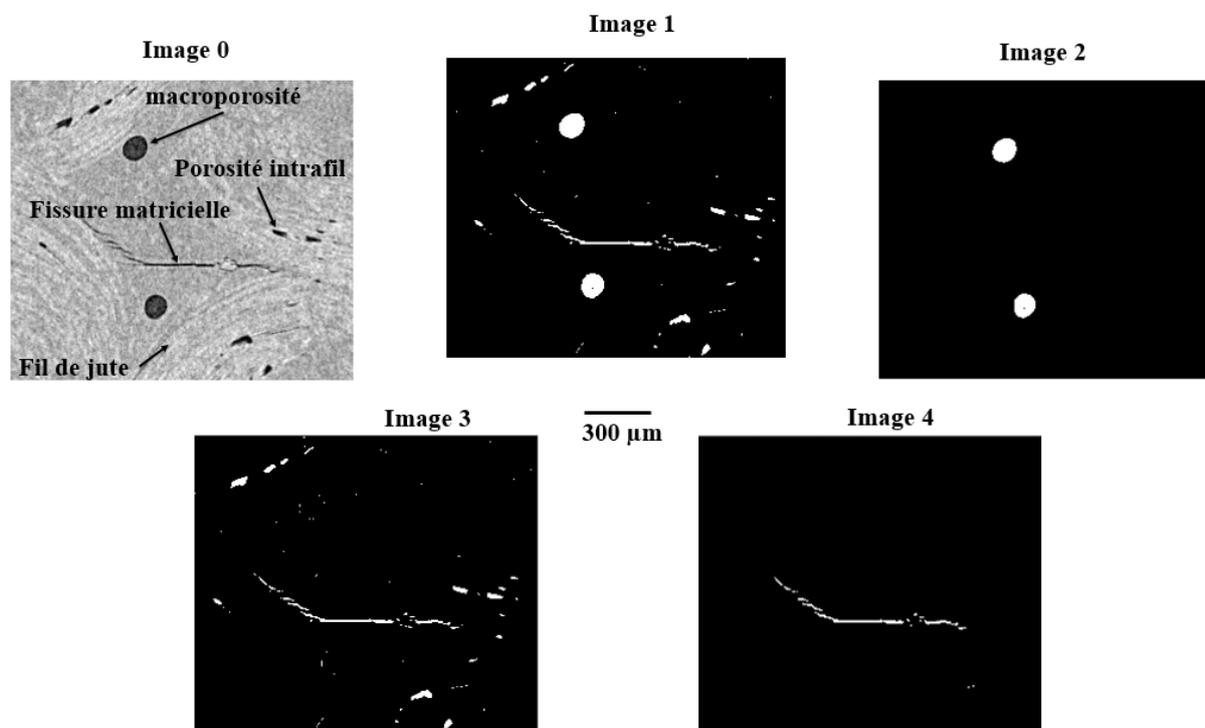


Figure II.7. Différentes étapes suivies pour isoler les fissures matricielles en utilisant le logiciel ImageJ.

## II. Essais mécaniques

Tous les essais mécaniques ont été réalisés au sein du laboratoire MATEIS à l'INSA de Lyon (France).

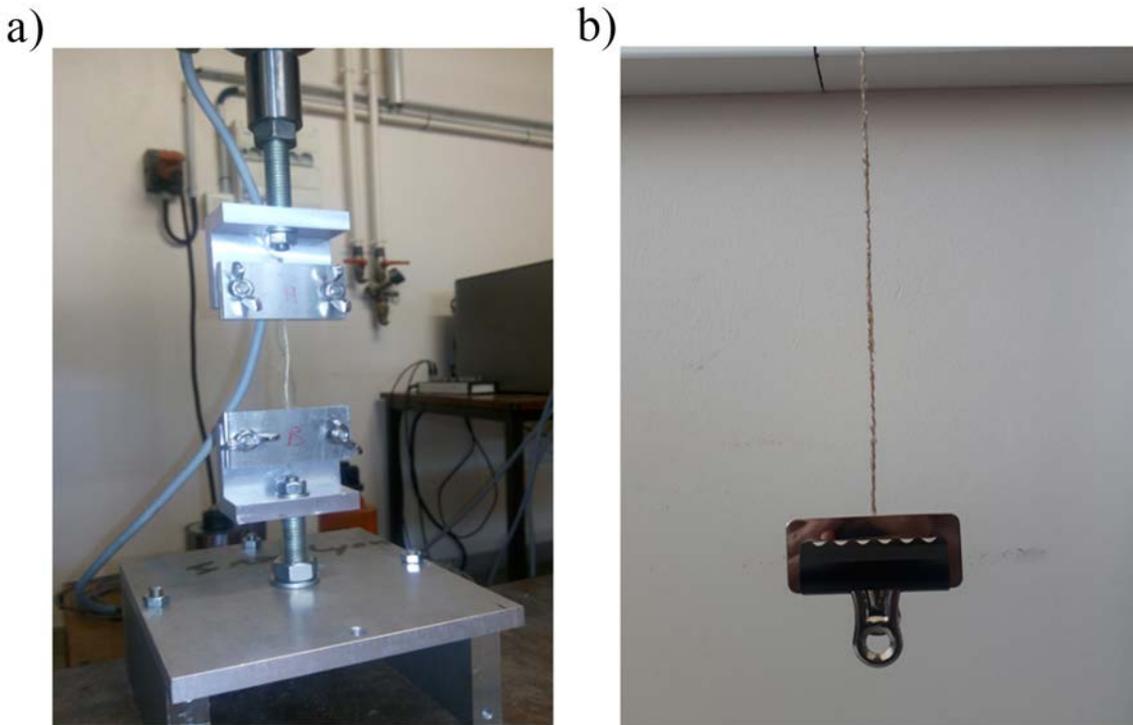
### II.1. Caractérisation des constituants

La machine Zwick électromécanique a été utilisée pour faire les essais sur les fils de jute, les fils de jute imprégnés de résine polyester et les tissus de jute. Elle est équipée d'une cellule de force de 500 N. Tous les essais ont été réalisés en déplacement imposé avec une vitesse de déplacement de la traverse réglée à  $0,5 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ . Un montage spécifique (figure II.8.a) a été conçu pour faire les essais. Les valeurs de déformation des échantillons ont été calculées à partir des mesures de déplacement de la traverse.

Les fils de jute de 100 mm de longueur ont été extraits des tissus non traités dans le sens chaîne et dans le sens trame. Les éprouvettes ont une longueur utile de 50 mm et sont montées sur le dispositif comme le montre la figure II.8.a.

Les tissus de jute ont été découpés à partir des tissus secs après pressage. Ils ont une largeur de 15 mm (8 fils longitudinaux) et une longueur utile de 50 mm.

Pour les fils imprégnés, des échantillons de fils de jute (250 mm de longueur) ont été imprégnés dans la matrice polyester. Afin de maintenir les fils droits, ces derniers ont été tendus avec des pinces accrochées aux extrémités inférieures et laissés réticuler à température ambiante pendant 2 jours (figure II.8.b). De Vasconcelos [177] a réalisé le même type d'essai sur des fils de chanvre imprégné par une résine époxy afin d'identifier des paramètres matériau pour des modèles numériques. L'intérêt de faire ces essais pour cette étude est d'essayer d'identifier la signature acoustique des ruptures de fibres de jute.



**Figure II.8- a) dispositif d'essais sur fils et tissus de jute; b) fil imprégné de résine .**

Le diamètre extérieur moyen des fils de jute a été calculé à partir de leur masse et de la densité des fibres de jute. Vingt fils de jute de 100 mm de longueur ont été retirés du tissu sec dans les deux sens, trame et chaîne. Chaque fil a été pesé, puis, en considérant que le fil possède une forme cylindrique et connaissant la densité des fibres de jute, on détermine le diamètre moyen de chaque fil comme suit :

$$D_f = \sqrt{\frac{4 \times m_f}{L_f \times d_j \times \pi}} \tag{Equation II.3}$$

où

$m_f$  : masse du fil

$L_f$  : longueur du fil (10 cm)

$d_j$  : densité des fibres de jute (1,46 g/cm<sup>3</sup>)

La densité des fibres de jute a été obtenue à partir de la littérature. Une valeur moyenne a été évaluée à partir de différents travaux présentés dans le tableau I.2.

Les valeurs du diamètre moyen calculées pour les deux types de fils sont présentées dans le tableau II.4.

*Tableau II.4. Diamètre extérieur apparent des fils de jute.*

Fil de jute	Diamètre extérieur moyen ( $\mu\text{m}$ )
Sens chaîne	$638 \pm 40$
Sens trame	$666 \pm 41$

## II.2. Caractérisation du composite

La machine hydraulique MTS 810 (figure II.9) a été utilisée pour réaliser les essais sur les éprouvettes du composite jute/polyester et de la matrice polyester seule. Cette machine est équipée d'une cellule de force de  $\pm 100$  kN et de mors hydrauliques auto-serrant qui garantissent un alignement des éprouvettes avec l'axe de sollicitation. Des mâchoires rugueuses sont utilisées pour le serrage.



*Figure II.9. Machine hydraulique MTS 810 utilisée pour faire les essais.*

### II.2.1. Essais de traction et de compression monotones

Les essais de traction uniaxiale ont été effectués sur des éprouvettes haltères pour les composites JP\_0 (la géométrie des éprouvettes est présentée sur la figure II.10), et sur des éprouvettes parallélépipédiques de dimension 160 mm x 15 mm x 8 mm pour les composites JP\_45 et les échantillons de matrice polyester seule. L'intérêt de faire les essais sur des éprouvettes haltères pour les JP\_0 est de privilégier la rupture dans la zone utile.

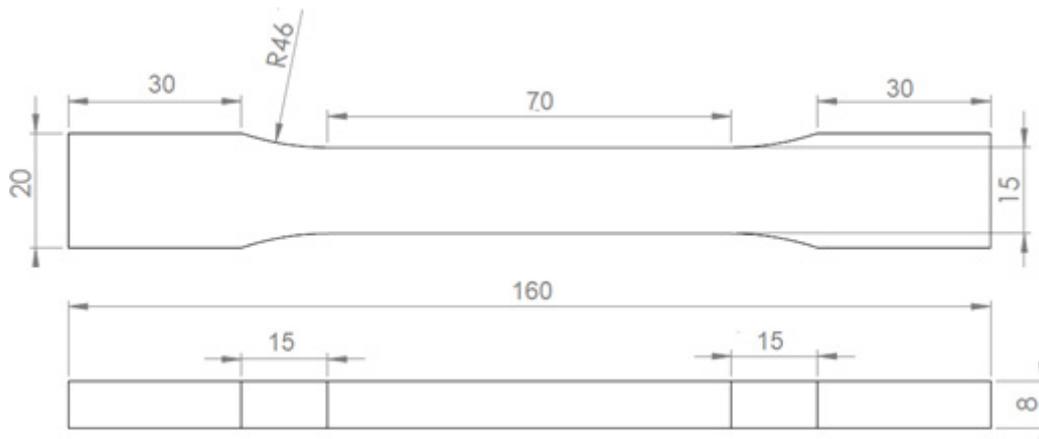


Figure II.10. Géométrie des éprouvettes haltères pour les essais de traction uniaxiale.

Les essais de compression ont été réalisés sur des éprouvettes haltères pour les deux orientations. La géométrie des éprouvettes est donnée sur la figure II.11.

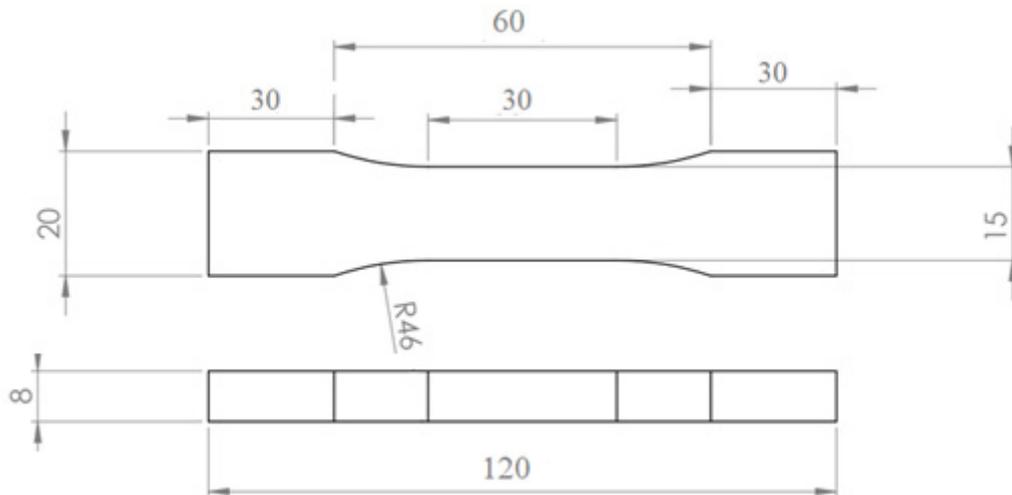


Figure II.11. Géométrie des éprouvettes haltères pour les essais de compression uniaxiale.

Tous les essais de traction et de compression ont été effectués à température ambiante. Les éprouvettes ont été montées sur la machine en laissant une zone utile de 100 mm pour les éprouvettes de traction et de 60 mm pour celles de compression. Des talons, en dural, de 30 mm de longueur, 15 mm de largeur et de 1 mm d'épaisseur ont été collés sur les extrémités des éprouvettes à l'aide d'une colle *araldite* avant de les serrer avec une pression de 3 MPa entre les mors hydrauliques. Les essais monotones ont été effectués en déplacement imposé avec une vitesse de déplacement du vérin de  $0,1 \text{ mm.min}^{-1}$ . Afin de s'assurer de la reproductibilité, 5 éprouvettes ont été testées pour chaque type de sollicitation.

## II.2.2. Essais de traction et de compression cyclés

Pour les essais cyclés, des niveaux de déplacement croissants sont obtenus à chaque cycle. Les incréments de déplacement sont déterminés selon les propriétés mécaniques obtenues lors des essais monotones de telle sorte à obtenir 5 à 10 cycles de déchargement-rechargement. La phase de charge est réalisée en déplacement imposé avec une vitesse de  $0,1 \text{ mm.min}^{-1}$ , tandis

que la phase de décharge est effectuée en force imposée avec une vitesse de  $50 \text{ N}\cdot\text{min}^{-1}$ . Tous les essais cyclés ont été répétés 2 fois pour assurer un minimum de reproductibilité.

Plusieurs paramètres mécaniques sont déterminés à partir des cycles déchargement-rechargement (boucle d'hystérésis) : le module élastique, la déformation résiduelle et le frottement interne. Pour chaque boucle d'hystérésis, cinq modules (matérialisés dans la figure II.12) sont mesurés. Le module élastique sécant  $E_S$  qui est défini comme la pente moyenne de la boucle d'hystérésis et les modules tangents mesurés en début ( $d$ ) et à la fin ( $f$ ) de la phase de charge ( $ch$ ) et de décharge ( $dc$ ) notés :  $E_{Ch-d}$ ,  $E_{Ch-f}$ ,  $E_{Dc-d}$ ,  $E_{Dc-f}$  [1].

La déformation résiduelle  $\epsilon_{Res}$  correspond à la déformation minimale de la boucle d'hystérésis après déchargement. Le frottement interne correspond au rapport entre l'énergie dissipée (l'aire de la boucle d'hystérésis  $\Delta W$ ) et l'énergie élastique stockée au cours du cycle  $W$ .

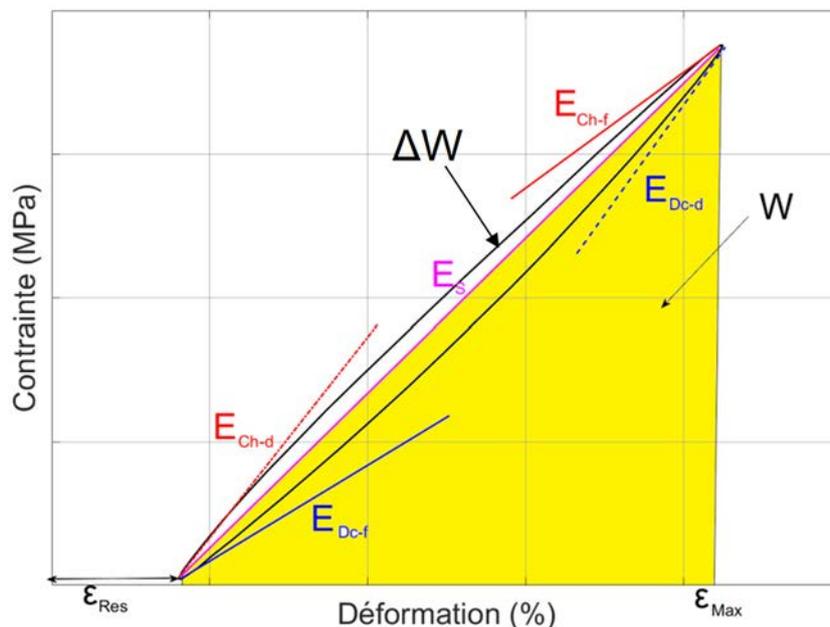


Figure II.12. Boucle d'hystérésis et matérialisation des différents paramètres mécaniques mesurés lors des essais cyclés.

### II.2.3. Fatigue cyclique

Les essais de fatigue cyclique ont été réalisés sur des éprouvettes de même géométrie que celles utilisées en traction monotone. Tous les essais ont été effectués à température ambiante. Des cycles de forme sinusoïdale ont été appliqués en contrôle de charge, avec une contrainte maximale constante et une fréquence de 1 Hz. La valeur de la fréquence a été choisie afin d'éviter l'auto-échauffement de l'éprouvette [177]. Le rapport  $R$  entre la charge minimale et la charge maximale au cours d'un cycle est fixé à 0,01. Il permet d'assurer un chargement de type traction-traction et d'approcher le zéro de charge tout en évitant de rentrer en compression. Ainsi, la déformation de l'éprouvette à la charge minimale peut être considérée comme étant la déformation résiduelle [177].

Les valeurs des niveaux de charge maximale étudiés pour chaque type de composite sont : 50%, 60%, 70% et 80% de la contrainte à rupture obtenue en traction monotone ( $\sigma_R$ ).

Cela permet d'analyser de manière exhaustive le comportement en fatigue [1]. Afin de prendre en compte la dispersion liée à la fatigue et/ou au matériau, jusqu'à quatre éprouvettes ont été testées par niveau de contrainte. Le critère d'arrêt de l'essai de fatigue en cas de non-rupture de l'éprouvette est fixé à 2 millions de cycles [1].

Pendant les essais de fatigue, quatre paramètres mécaniques ont été déterminés à chaque cycle : le module élastique sécant  $E_s$ , la déformation résiduelle  $\varepsilon_{Res}$ , la déformation maximale  $\varepsilon_{Max}$  et le frottement interne  $\Delta W/W$ . Tous ces paramètres sont préalablement définis dans la section III.5 du chapitre I et sont représentés dans la figure II.12. L'évolution de ces paramètres pendant les essais de fatigue représente un bon indicateur pour suivre l'endommagement de l'éprouvette [177].

Pour tous les essais effectués sur le composite et la matrice, la déformation macroscopique longitudinale des éprouvettes a été mesurée à l'aide d'un extensomètre à couteaux positionné sur une face de l'éprouvette au niveau de la partie utile. La longueur de jauge de l'extensomètre est de 25 mm, les couteaux sont fixés avec une colle *cyanolite* afin d'éviter le risque de glissement durant les essais. Pour les essais de compression, l'extensomètre a été positionné sur la tranche de l'éprouvette afin d'éviter le risque de détachement de celui-ci en cas de délaminage de l'éprouvette.

### **III. Emission acoustique**

#### **III.1. Système utilisé**

La chaîne d'émission acoustique (PCI2 de Mistras) est constituée de deux capteurs piézoélectriques micro80 ( $\mu 80$ ). Ils sont caractérisés par une fréquence de résonance de 300 kHz et une surface active de 8 mm de diamètre. Ces capteurs ont une bonne sensibilité dans la gamme de fréquence allant de 100 kHz à 1 MHz. Deux préamplificateurs 20 H du groupe Mistras sont utilisés pour amplifier les signaux. Ils ont une bande passante dans la gamme de fréquence 10 kHz-1200 kHz. Les signaux obtenus sont amplifiés avec un gain de 40 dB. La fréquence d'échantillonnage des signaux est fixée à 5 MHz. Afin de s'affranchir du bruit environnant, le seuil d'acquisition est fixé à 40 dB.

Le système d'acquisition utilise des fenêtres temporelles glissantes pour définir les salves. Ces fenêtres sont caractérisées par 3 paramètres : Hit Définition time (HDT), Peak Definition Time (PDT), et Hit Lockout Time (HLT) [179].

Pour cette étude, les valeurs de ces 3 paramètres sont déterminées en effectuant des ruptures de mines de crayon sur la surface du matériau. Leur pertinence est vérifiée ensuite sur les salves. Ainsi le PDT est fixé à 10  $\mu s$ , le HDT à 20  $\mu s$  et le HLT est fixé à 1000  $\mu s$ .

Les capteurs  $\mu 80$  sont placés sur la face de l'éprouvette à l'aide de pinces à ressort (figure II.13) avec une distance entre les deux capteurs de 70 mm (à  $\pm 35$  mm du centre de l'éprouvette) pour les éprouvettes de traction et de fatigue et de 30 mm pour les éprouvettes de compression. Une graisse silicone est utilisée pour assurer un bon couplage entre les capteurs et le matériau. Une mesure par AST (*Auto Sensor Test*) est réalisée afin de s'assurer de la bonne reproductibilité du couplage des capteurs.

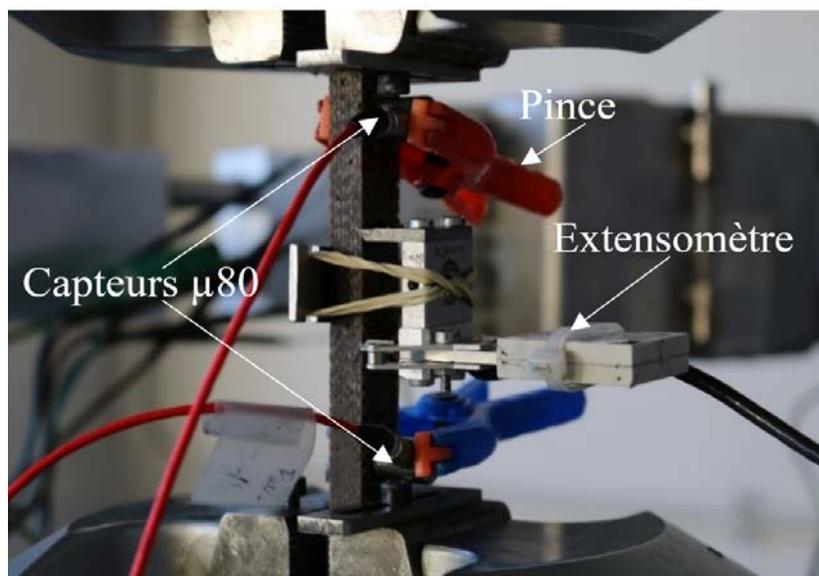


Figure II.13. Photo des capteurs d'émission acoustique sur une éprouvette de traction de composite jute/polyester.

Une localisation linéaire des sources d'émission acoustique est effectuée. Pour ce faire, les vitesses de propagation des ondes sont déterminées en effectuant des ruptures de mines de crayon en surface de l'éprouvette. Cette opération est effectuée pour les deux nuances de matériaux. La vitesse de propagation pour les JP\_0 est de  $3000 \text{ m.s}^{-1}$  et de  $2400 \text{ m.s}^{-1}$  pour les JP\_45.

### III.2. Analyse des données d'émission acoustique

Toutes les analyses des données d'EA sont réalisées sous MATLAB, deux types d'analyses sont réalisés :

- Une analyse globale de l'activité acoustique basée sur la détermination d'indicateurs d'endommagement. Pour cette analyse, tous les signaux d'EA acoustiques sont considérés.
- Une identification de la signature acoustique de chaque mécanisme d'endommagement ainsi que leur cinétique d'évolution. Cette analyse est réalisée en considérant uniquement les signaux localisés (événements). Elle est réalisée via des méthodes statistiques multivariées non-supervisées. Les résultats obtenus sont par la suite utilisés pour créer une bibliothèque pour effectuer une classification supervisée lors des essais de fatigue cyclique.

#### III.2.1. Analyse globale de l'endommagement

Plusieurs indicateurs d'activité acoustique globale sont utilisés dans cette étude, en plus de l'évolution du nombre de sources et de l'énergie cumulée en fonction de la déformation. L'indicateur de sévérité de Fowler est utilisé (équation II.4). Le *signal strength* est remplacé par l'énergie absolue [184]. Cet indicateur permet de caractériser l'apparition de signaux ayant une énergie supérieure à ceux enregistrés auparavant. Dans cette étude  $J$  est fixé à 10 [215].

$$S_e = \frac{1}{J} \sum_{i=1}^J e_i \tag{Equation II.4}$$

avec

$S_e$  : la sévérité acoustique.

$J$  : nombre de signaux les plus énergétiques fixé à 10

$e_i$  : énergie du  $i$  ème signal le plus énergétique.

Le rapport Felicity ( $RF$ ) est calculé lors des essais cyclés (équation II.5). Il permet de quantifier l'effet Felicity correspondant à l'apparition d'une activité acoustique significative à une charge inférieure à celle appliquée précédemment (figure II.14). Il indique que le composite évolue lors de la décharge.

$$RF_n = \frac{\sigma_n}{\sigma_{n-1}^{max}} \tag{Equation II.5}$$

où

$RF_n$  : rapport Felicity au cycle  $n$

$\sigma_{n-1}^{max}$  : contrainte maximale atteinte lors du cycle  $n-1$

$\sigma_n$  : contrainte à laquelle l'activité acoustique reprend lors de la phase de chargement du cycle  $n$

En cas d'absence d'émission acoustique détectable tant que la charge maximale précédemment appliquée n'est pas atteinte, on parle d'un effet Kaiser. Ce dernier traduit le caractère irréversible des mécanismes sources.

Pour cette étude, le rapport Felicity est déterminé lorsque le nombre de sources d'EA enregistrés depuis le début de la charge atteint 5 % du nombre total de sources détectées jusqu'à la fin de la charge.

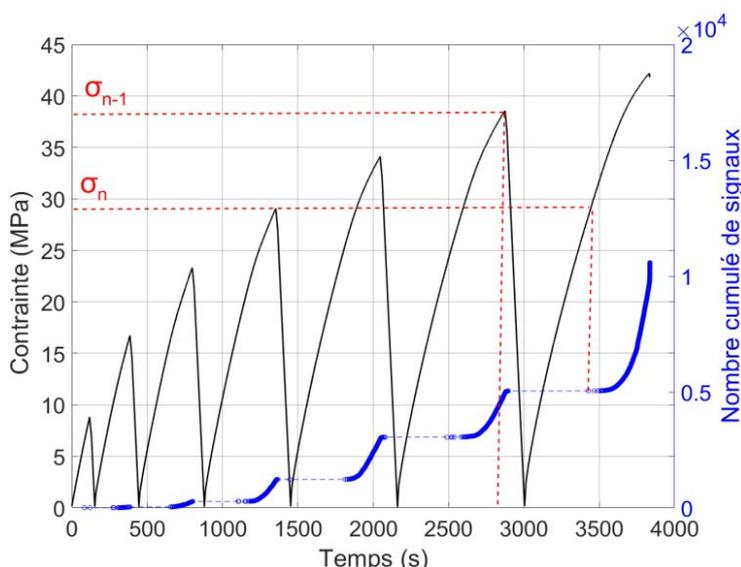


Figure II.14. Détermination du rapport Felicity lors des essais cyclés.

**III.2.2. Identification de la signature acoustique des mécanismes d'endommagement par classification non supervisée**

Chaque mécanisme d'endommagement émet une onde acoustique dont la signature lui est propre. Le but de cette analyse est de regrouper les évènements ayant une signature acoustique identique et ensuite de les associer au mécanisme source.

Afin de structurer les données en classes, une méthodologie (figure II.15) d'analyse statistique multi-variables développée au sein du laboratoire MATEIS [181-182, 195, 217] est utilisée. Elle est composée de 6 étapes allant de l'enregistrement des données jusqu'à la labellisation des classes obtenues. Dans ce travail, une attention particulière est accordée aux deux étapes les plus importantes de cette analyse : la sélection des descripteurs pour la classification (étape 3) et la validation de la labellisation des classes obtenues (étape 6).

La sélection des descripteurs pour la structuration des données est une étape cruciale pour les méthodes de reconnaissances de forme non-supervisée. En effet, le choix des descripteurs pertinents permet d'avoir une structuration fiable et robuste. Dans cette étude, le score Laplacien est utilisé pour déterminer le degré de pertinence des descripteurs

Les résultats issus des essais de traction interrompue, ceux des essais de traction *in-situ* sous tomographe ainsi que ceux obtenus sur les résidus de corrélation d'images 2D sont utilisés pour labelliser les classes d'EA obtenues.

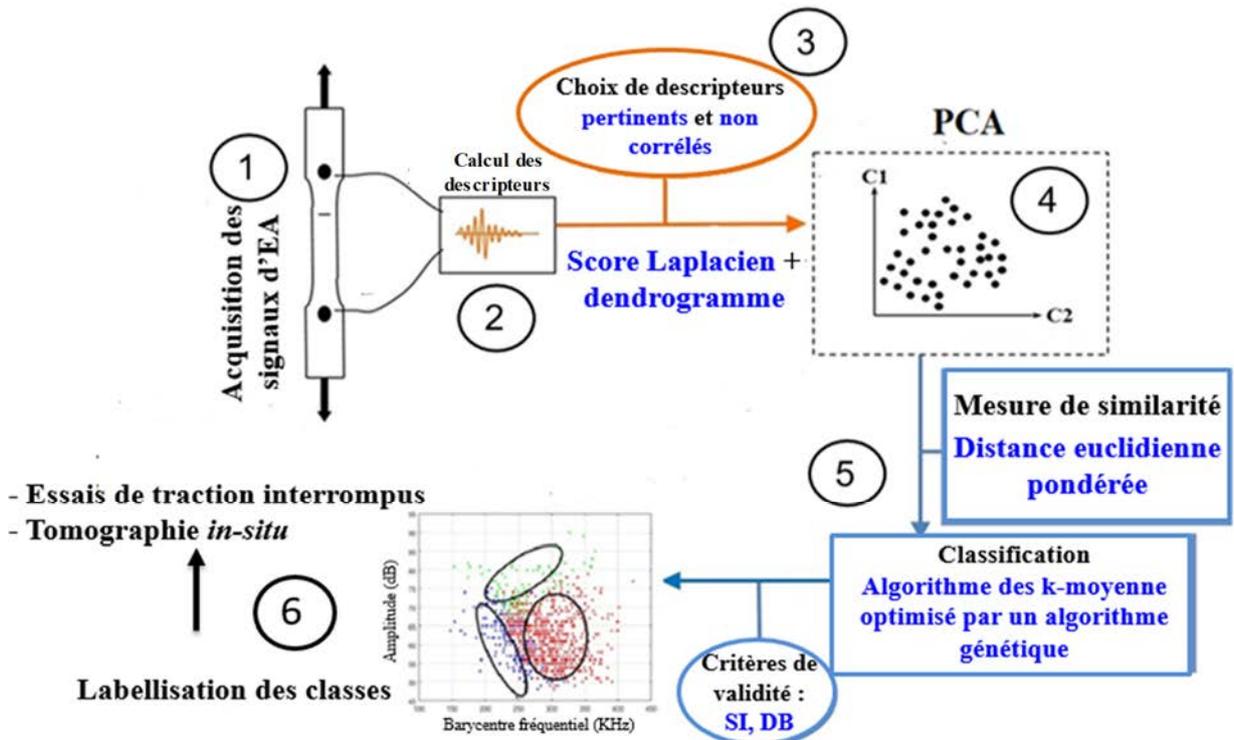


Figure II.15. Représentation schématique de la méthode de reconnaissance de forme non-supervisée utilisée dans cette étude.

**1. Acquisition et filtrage des signaux**

Pour l’analyse, seuls les signaux localisés (événements) sont considérés. A la suite de l’enregistrement des événements, un filtrage des données est effectué de sorte à ne pas prendre en compte les signaux peu significatifs ou mal numérisés. Les données supprimées sont :

- Les signaux ayant un nombre de coups inférieur à 3
- Les signaux présentant une valeur nulle (unité arbitraire) pour l’énergie
- Les signaux avec une durée supérieure à 1500  $\mu\text{s}$
- Les signaux avec un temps de montée supérieur à 60  $\mu\text{s}$

**2. Calcul des descripteurs**

Vingt-six descripteurs sont calculés dans le domaine temporel et dans le dans le domaine fréquentiel (tableau II.5). Les seize descripteurs montrés en gras dans le tableau sont calculés en temps réel par le système d’acquisition. Les dix autres sont calculés en post-traitement à partir des descripteurs précédents [182].

*Tableau II.5. Liste des descripteurs calculés.*

Descripteurs	Numéro	Symbole
<b>Temps de montée (<math>\mu\text{s}</math>)</b>	<b>1</b>	<b>R</b>
<b>Nombre de coups</b>	<b>2</b>	<b>C</b>
<b>Durée (<math>\mu\text{s}</math>)</b>	<b>3</b>	<b>D</b>
<b>Amplitude (dB)</b>	<b>4</b>	<b>A</b>
<b>Fréquence moyenne (kHz)</b>	<b>5</b>	<b>AF = C/D</b>
<b>Nombre de coups au pic</b>	<b>6</b>	<b>CP</b>
<b>Fréquence de descente (kHz)</b>	<b>7</b>	<b>DF = (C-CP)/(D-R)</b>
<b>Fréquence de montée (kHz)</b>	<b>8</b>	<b>RF = R/CP</b>
<b>Log(Energie absolue (aJ))</b>	<b>9</b>	<b>Log (E)</b>
Temps de montée/durée	10	R/D
Durée / Amplitude ( $\mu\text{s}/\text{dB}$ )	11	D/A
Temps de descente ( $\mu\text{s}$ )	12	D-R
Angle de montée (dB/ $\mu\text{s}$ )	13	Am = A/R
Angle de descente (dB/ $\mu\text{s}$ )	14	Ad = A/(D-R)
Temps de montée / Temps de descente	15	R/(D-R)
Log(énergie relative (aJ/dB))	16	Log (E/A)
Nombre de coups au pic / nombre de coups	17	CP/C
Amplitude/ fréquence moyenne (dB/kHz)	18	A/AF
<b>Log(Puissance du signal)</b>	<b>19</b>	<b>Log (SS)</b>
<b>Puissance partielle 1 (%) [0; 200 kHz]</b>	<b>20</b>	<b>PP1</b>
<b>Puissance partielle 2 (%) [200; 400 kHz]</b>	<b>21</b>	<b>PP2</b>
<b>Barycentre fréquentiel (kHz)</b>	<b>22</b>	<b>CF</b>
<b>Fréquence pic (kHz)</b>	<b>23</b>	<b>PF</b>
Fréquence pic pondérée (kHz)	24	$WPF = \sqrt{PF^2 \times CF^2}$ Sause <i>et al.</i> [200]
<b>Puissance partielle 3 (%) [400; 600 kHz]</b>	<b>25</b>	<b>PP3</b>
<b>Puissance partielle 4 (%) [600; 1000 kHz]</b>	<b>26</b>	<b>PP4</b>

Certains des descripteurs calculés ne possèdent pas une distribution gaussienne tels que l'énergie absolue  $E$ , l'énergie relative  $E/A$  et intensité du signal  $SS$ , dans ce cas un logarithme népérien est appliqué [182].

### 3. Sélection des descripteurs pertinents

L'enjeu réside ensuite dans la représentation des signaux par un nombre de descripteurs pertinents et non corrélés. On rappelle qu'un descripteur pertinent est celui qui présente des valeurs similaires pour des signaux issus de la même source et des valeurs différentes pour des signaux de nature différente. Un exemple de descripteurs pertinents est donné sur la figure II.16.

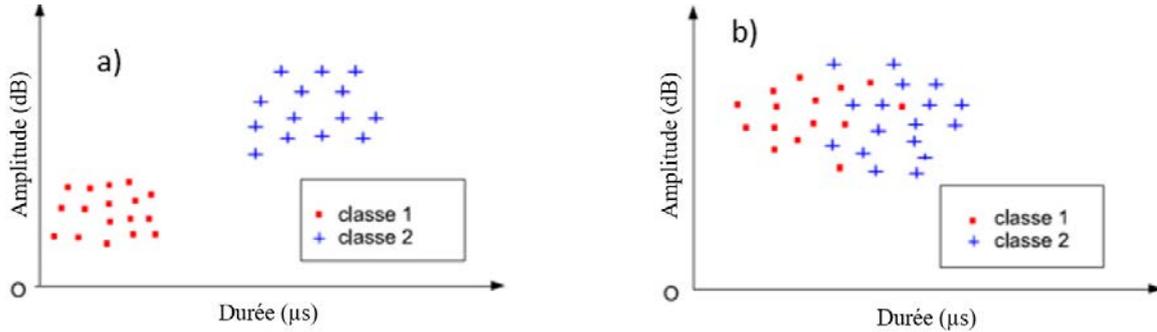


Figure II.16. Illustration d'une classification dans le cas de : a) descripteurs pertinents et b) descripteurs non pertinents notamment l'amplitude [216].

Dans cette étude le degré de pertinence des descripteurs est calculé en utilisant le score Laplacien proposé par He *et al.* [204].

Nous disposons d'un ensemble de signaux  $n$ . Chaque signal  $i$  est caractérisé par  $d$  descripteurs  $\{f_1, f_2, \dots, f_r, \dots, f_d\}$ . On définit la matrice  $A$  des signaux représentés par les  $d$  descripteurs par :

$$A = \begin{bmatrix} x_{11} & \dots & x_{1d} \\ \vdots & \ddots & \vdots \\ x_{n1} & \dots & x_{nd} \end{bmatrix}$$

Chaque ligne de la matrice  $i = 1, \dots, n$  représente un signal. Chaque colonne de la matrice  $r = 1, \dots, d$  correspond aux valeurs d'un descripteur.

L'hypothèse sur laquelle repose le score Laplacien ( $SL_r$ ) défini par l'équation II.6 est que la structure des données dans l'espace des descripteurs d'entrée est localement préservée dans l'espace de sortie (projection sur un descripteur). Autrement dit, des données similaires dans l'espace d'entrée doivent aussi l'être quand elles sont projetées sur un descripteur pertinent.

$$SL_r = \frac{\sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^n (x_{ir} - x_{jr})^2 w_{ij}}{Var(f_r)} \tag{Equation II.6}$$

Le  $SL_r$  tient compte de la similarité ( $w_{ij}$ ) (cf. Annexe 1) entre les données dans l'espace d'entrée, de la distance  $(x_{ir} - x_{jr})^2$  entre les données projetées sur le descripteur considéré  $r$  et de la variance du descripteur  $Var(f_r)$ . Ainsi, pour un descripteur pertinent, les données similaires ( $w_{ij}$  proche de 1) dans l'espace d'entrée, doivent être proches une fois projetées sur

le descripteur considéré  $r$  ( $(x_{ir} - x_{jr})^2$  proche de 0) et les données différentes dans l'espace d'entrée doivent être bien séparées une fois projetées sur le descripteur  $r$  ( $Var(f_r)$  importante). Les différentes étapes pour le calcul du  $SL_r$  sont détaillées dans l'Annexe 1.

Le  $SL_r$  est compris entre 0 et 1. On définit  $\overline{SL}_r$  tel que :

$$\overline{SL}_r = 1 - SL_r \tag{Equation II.7}$$

Plus  $\overline{SL}_r$  est proche de 1 plus le descripteur est pertinent.

**Exemple :**

Pour illustrer comment le score Laplacien fonctionne, on propose l'exemple suivant : Soit un ensemble de 4 données (n=4) représenté dans un espace à 3 dimensions (3 descripteurs notés  $r_1, r_2$  et  $r_3$ ) (figure II.17) :

$$A = \begin{bmatrix} 2 & 4 & 2 \\ 8 & 3 & 3 \\ 9 & 2 & 2 \\ 1 & 3 & 1 \end{bmatrix}$$

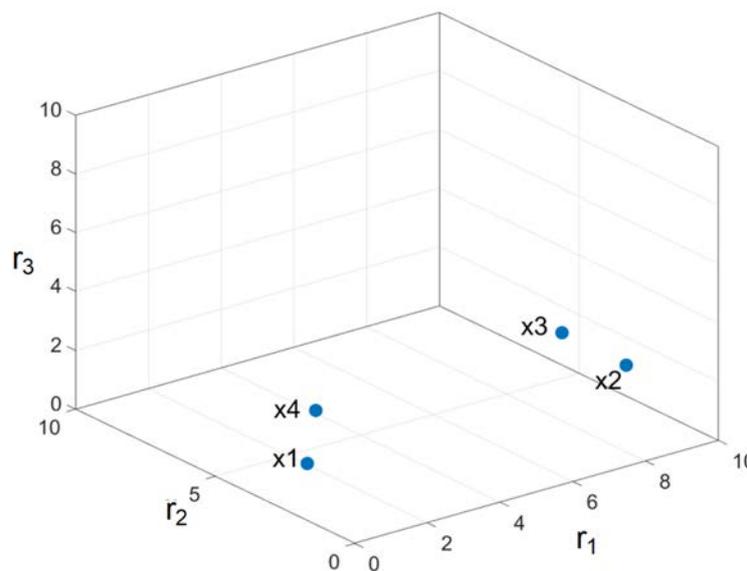


Figure II.17. Représentation des données dans l'espace d'entrée.

Le calcul du  $SL_r$  par l'équation II.6 et du  $\overline{SL}_r$  par l'équation II.7 conduisent à :

$$\overline{SL}_{r_1} = 0,9410, \overline{SL}_{r_2} = 0,1245 \text{ et } \overline{SL}_3 = 0,1594$$

Le descripteur  $r_1$  est pertinent avec  $\overline{SL}_{r_1}$  très élevé tandis que  $r_2$  et  $r_3$  ne sont pas pertinents. On vérifie le résultat obtenu en faisant la projection des données sur les trois axes (figure II.18).

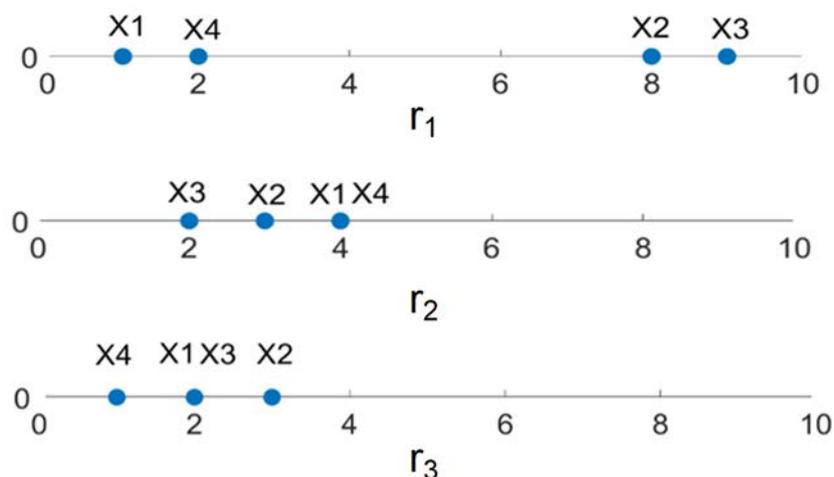


Figure II.18. Projection des données suivant les 3 axes (descripteurs).

Le  $\overline{SL_r}$  est calculé pour chaque descripteur d'EA et seulement ceux qui possèdent un score supérieur à 0,9 sont considérés comme pertinents.

Une autre étape consiste à réduire le nombre de descripteurs redondants (corrélés). Pour se faire, le coefficient de corrélation de Bravais-Pearson  $r^{BP}$  est calculé entre deux descripteurs  $r_1$  et  $r_2$ . Il est défini comme suit :

$$r^{BP}(f_{r_1}, f_{r_2}) = \frac{Cov(f_{r_1}, f_{r_2})}{\sigma_{f_{r_1}} \sigma_{f_{r_2}}} \quad \text{Equation II.8}$$

où

$Cov(f_{r_1}, f_{r_2})$  : covariance des descripteurs  $r_1, r_2$

$\sigma_{f_{r_1}} \sigma_{f_{r_2}}$  : écarts types des descripteurs  $r_1, r_2$

Le coefficient  $r^{BP}$  est compris entre -1 et 1. S'il vaut 0, les deux descripteurs sont linéairement indépendants, tandis que s'il est égal à 1 ou -1, les deux descripteurs sont très corrélés.

Les descripteurs sont représentés par leur degré de non corrélation ( $1 - |r^{BP}|$ ) à l'aide d'un dendrogramme. Les descripteurs ou groupes de descripteurs les plus proches en terme de valeur de  $1 - |r^{BP}|$  sont fusionnés successivement jusqu'à ce qu'ils ne forment plus qu'un seul groupe. En choisissant une hauteur de coupe sur le dendrogramme soit un niveau de corrélation, dans notre cas on a pris un niveau de corrélation de  $r^{BP} = 0,8$  ( $1 - |r^{BP}| = 0,2$ ), il est possible d'estimer le nombre de descripteurs non corrélés [179].

Pour résumer, le choix des descripteurs pour la classification se fait en deux étapes :

- On calcule le  $\overline{SL_r}$  pour chaque descripteur et on ne considère que ceux qui ont un score supérieur à 0,9
- On trace le dendrogramme de tous les descripteurs, on fixe une hauteur de coupe de 0,2 et parmi les descripteurs non corrélés, on ne considère seulement ceux qui ont

un  $\overline{SL}_r > 0,9$ . Si un groupe de descripteurs corrélés contient plusieurs descripteurs pertinents, on conserve le descripteur qui possède le  $\overline{SL}_r$  le plus élevé

**4. Application de l'Analyse en Composantes Principales (ACP)**

Une ACP est ensuite appliquée, elle permet par des combinaisons linéaires des descripteurs conservés, de décrire les signaux par de nouvelles variables complètement indépendantes les unes des autres dans un espace orthonormé (figure II.19).

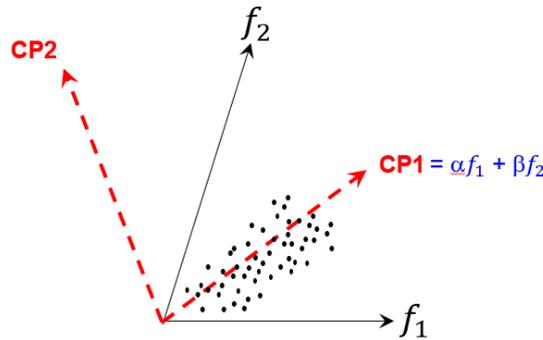


Figure II.19. Exemple de passage en CP [179].

Ces variables, appelées composantes principales (CP), sont déterminées de manière à maximiser la variance du jeu de données sur un nombre limité de composantes. Les composantes principales explicitant plus de 95% de la variance des jeux de données sont conservées.

**5. Application de l'algorithme des k-moyennes optimisé par un algorithme génétique**

Cet algorithme a été développé par Sibil *et al.* [217] dans le cadre de sa thèse. Sibil a proposé d'intégrer un algorithme génétique dans la méthode des k-moyennes pour rendre cette dernière plus robuste. Contrairement à l'algorithme des k-moyennes classique, l'initialisation des centres de classes consiste en la génération d'un ensemble de solutions possibles, constituant la génération de départ. Ces solutions n'évoluent non pas par calculs itératifs mais suivant des lois génétiques [217], donnant naissance à des solutions plus performantes génération après génération. L'autre apport de cet algorithme est que l'arrêt n'intervient pas après un nombre maximal d'itérations mais par convergence de la solution.

Afin de valider le partitionnement des données et d'identifier le nombre optimal de classes, deux critères sont utilisés :

- Le critère de Davies et Bouldin noté DB [218] et défini comme suit :

$$DB = \frac{1}{k} \sum_{i=1}^k \max_{i \neq j} \left( \frac{d_i + d_j}{d_{ij}} \right) \tag{Equation II.9}$$

Avec

$d_i$  : dispersion de la classe  $i$  (distance moyenne des objets de la classe  $i$  au centre de la classe)

$d_j$  : dispersion de la classe  $j$

$d_{ij}$  : dissimilarité des classes  $i$  et  $j$  (distance entre les centres des deux classes)

La qualité de segmentation est d'autant meilleure que le  $DB$  est petit.

- Le critère des Silhouettes  $S$ , défini par Rousseeuw [219] permet de mesurer le degré d'appartenance d'un objet à sa classe, il est calculé pour chaque signal comme suit :

$$S_{ind}(i) = \frac{b(i)-a(i)}{\max\{a(i),b(i)\}} \quad \text{Equation II.10}$$

avec

$a(i)$  : distance de la donnée  $i$  au centre de sa classe

$b(i)$  : distance entre cette donnée et le centre de la classe la plus proche

La valeur  $S_{ind}(i)$  est comprise entre -1 et 1, un signal correctement classé est caractérisé par une  $S_{ind}$  proche de 1, tandis qu'une mauvaise affectation conduit à une valeur négative.

La silhouette globale  $S$ , qui correspond à la moyenne des  $S_{ind}$ , permet de caractériser la qualité de segmentation. La qualité de segmentation est d'autant meilleure que la valeur de  $S$  est grande.

La segmentation des événements d'EA est effectuée pour un nombre de classes  $k$  allant de 2 à 10. Pour chaque valeur de  $k$ , les étapes de l'algorithme de segmentation sont les suivantes :

- (1) Initialisation aléatoire de 100 centres de classes. Par exemple pour  $k=3$ , une initialisation de  $100 \times 3$  centres de classes est réalisée
- (2) Pour chaque événement d'EA, calcul de la distance euclidienne pondérée par les valeurs propres de l'ACP [182] entre l'événement et les centres de classes de toutes les solutions
- (3) Affectation de l'événement à la classe la plus proche pour les 100 solutions envisagées
- (4) Pour chaque solution, calcul du DB (100 valeurs de DB sont obtenues)
- (5) Les deux meilleures solutions (présentant les valeurs les plus faibles du DB) sont conservées à l'identique, parmi les 98 % solutions restantes, 80% font l'objet d'un croisement et 20 % d'une mutation
- (6) Retour à l'étape (2)
- (7) La convergence est atteinte si la variation de la valeur du DB entre 2 générations reste inférieure à une valeur seuil fixée à  $1.10^{-7}$
- (8) Une fois la solution obtenue, les silhouettes sont calculées pour cette dernière pour plus de fiabilité

La classification est répétée 10 fois afin de s'assurer de la reproductibilité de la segmentation et de la fiabilité des résultats. Le nombre de classes optimal est celui qui minimise le DB et maximise la silhouette globale  $S$ .

## 6. Labellisation des classes

Après la segmentation des données et la caractérisation des signatures acoustiques de chaque classe, la dernière étape consiste à assigner chaque classe obtenue au mécanisme d'endommagement correspondant.

Les mécanismes d'endommagement sont caractérisés au préalable via les techniques d'observation ( $\mu$ -tomographie RX, MEB et MO) sur des échantillons rompus. Par la suite, une méthodologie basée sur des essais de traction interrompus, des essais de traction *in-situ* sous tomographe et des essais de traction suivis par corrélation d'images a été mis en place pour la labellisation des classes.

### Essais interrompus

Les essais de traction interrompus sont effectués sur des éprouvettes de composite JP\_0. Les niveaux de contrainte sont choisis selon la chronologie d'apparition des différentes classes. Des échantillons sont ensuite découpés dans chaque éprouvette au moyen d'un disque diamanté, puis ils sont polis avec la même procédure que celle décrite dans la section I.5-Chapitre II. Les échantillons sont observés avec le MEB, puis analysés par le tomographe RX. Les scans sont réalisés avec une résolution de 6  $\mu\text{m}$ .

### Essais de traction *in-situ* sous tomographe

Des essais de traction *in-situ* sous tomographe ont été réalisés à l'aide d'une petite machine de traction pilotable en déplacement imposé conçue et fabriquée au laboratoire MATEIS. La machine est équipée d'une cellule de force de 100 N.

Les essais ont été effectués sur deux types d'éprouvettes (dont la géométrie est présentée dans la figure II.20). Elles sont fabriquées au laboratoire LMNM à Sétif : des éprouvettes mono-fil de jute et des éprouvettes du composite tissé.

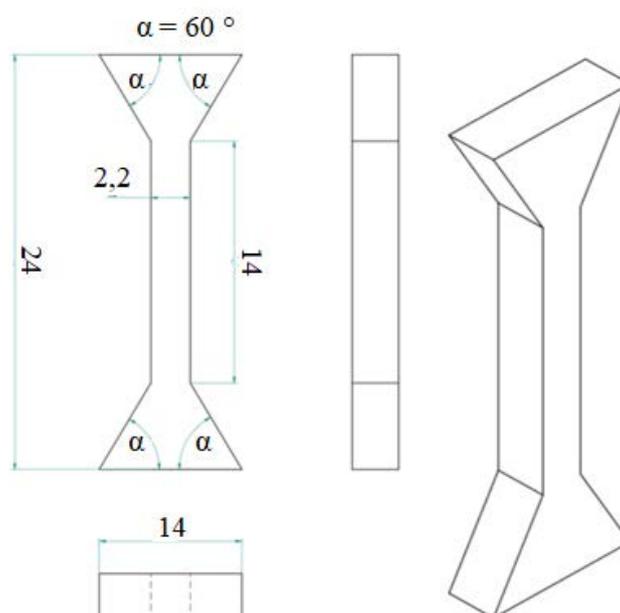


Figure II.20. Géométrie des éprouvettes pour les essais de traction *in-situ* sous tomographe (dimensions en millimètre).

Les éprouvettes mono-fil ont été fabriquées par moulage. Tout d'abord, la forme des éprouvettes est réalisée sur un moule en bois à l'aide de la découpe laser (figure II.21.a). Le moule a la même épaisseur que l'éprouvette. Puis, un perçage est effectué sur la face du haut et celle du bas pour pouvoir insérer le fil de jute. Une fois le fil positionné (figure II.21.b), il est imprégné par la matrice polyester (figure II.21.c). Après durcissement, les éprouvettes sont retirées du moule (figure II.21.d).

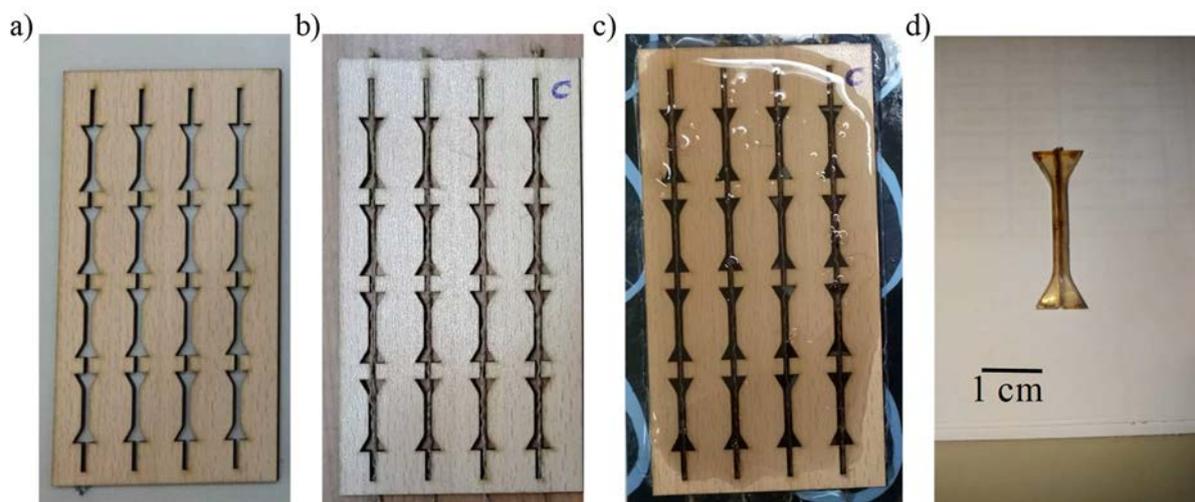


Figure II.21. Fabrication des éprouvettes mono-fil pour les essais de traction *in-situ* sous tomographe.

Pour les éprouvettes du composite tissé, des stratifiés de 2 plis de jute ont été fabriqués avec la même procédure que celle utilisée pour l'élaboration des plaques composites. Puis, les éprouvettes (figure II.22) ont été découpées en utilisant la découpe laser.

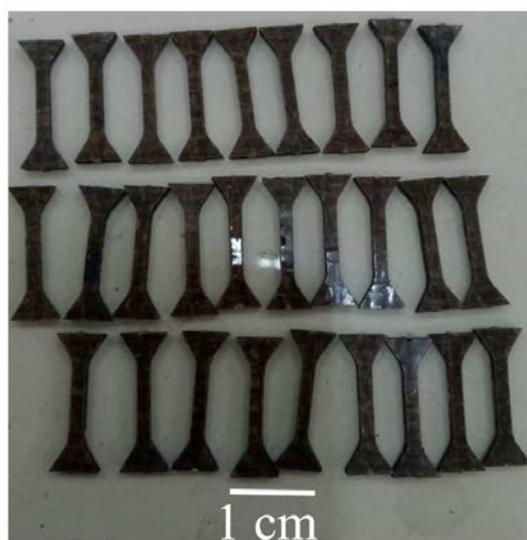


Figure II.22. Éprouvettes de composite JP\_0 pour les essais de traction *in-situ* sous tomographe.

Les essais de traction *in-situ* sur les éprouvettes du composite tissé sont effectués avec une vitesse de déplacement de la traverse réglé à  $1 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ . La mise en place des éprouvettes est effectuée à l'aide d'un tube en composite (époxy/fibre de verre) et de mors spéciaux (figure II.23).

Avant d'installer la machine dans le tomographe, des essais de traction ont été réalisés sur 2 éprouvettes de chaque type afin d'obtenir la contrainte et la déformation à rupture ( $\sigma_R$ ,  $\epsilon_R$ ). Les acquisitions sont effectuées avec une résolution de  $3 \mu\text{m}/\text{pixel}$  à partir de 30 % de  $\sigma_R$  avec un incrément de 10%. La charge est maintenue lors des scans pour éviter le risque de refermer les fissures.

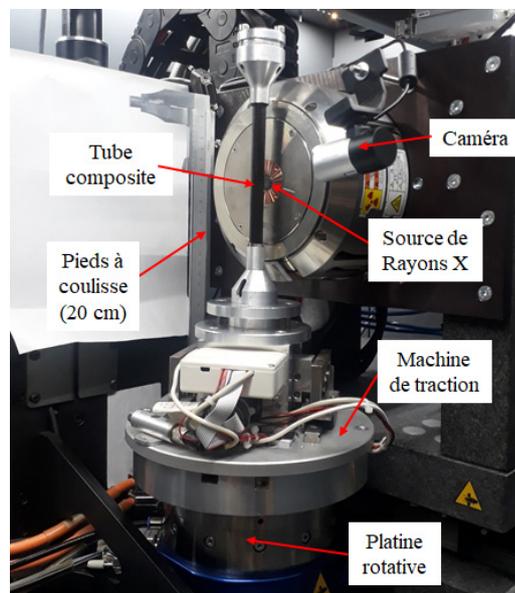


Figure II.23. Protocole des essais de traction in-situ sous tomographe.

### III.2.3. Analyse des mécanismes d'endommagement pas classification supervisée

La reconnaissance de forme supervisée est réalisée en utilisant le logiciel RF-CAM (*Random Forest Classification for Acoustic Emission Monitoring*) développé dans le cadre des travaux de Morizet [220] (figure II.24).

Le logiciel utilise une bibliothèque de signaux labellisés pour classer les signaux à l'aide d'une forêt d'arbres décisionnels [221]. La première étape consiste à créer cette bibliothèque à partir des signaux labellisés provenant de la classification non-supervisée effectuée pour les résultats obtenus en traction monotone. Les classes constituant la bibliothèque ont un nombre équivalent de signaux. Tous les descripteurs sont considérés pour caractériser chaque classe de la bibliothèque.

La deuxième étape correspond à l'apprentissage. A partir des signaux de la bibliothèque, on va éduquer les arbres décisionnels (200 pour cette étude). Pour chaque arbre, un *bootstrap* composé de signaux pris aléatoirement avec remise dans la bibliothèque est construit. Dans un arbre décisionnel, les deux tiers du *bootstrap* sont utilisés pour construire le modèle (in-bag), le dernier tiers sert à estimer l'erreur de classification de l'arbre correspondant (out-of-bag). Chaque arbre est constitué de plusieurs nœuds où les données sont segmentées en se basant sur l'index de Gini [222]. La classification d'un nouvel essai s'effectue signal par signal. Chaque arbre propose une labellisation suite au passage du signal à classer dans les nœuds de l'arbre. Le signal est attribué à la classe regroupant le plus grand nombre de votes. Dans cette étude, les

signaux recevant plus de 70% des suffrages pour une classe sont considérés comme correctement classés.

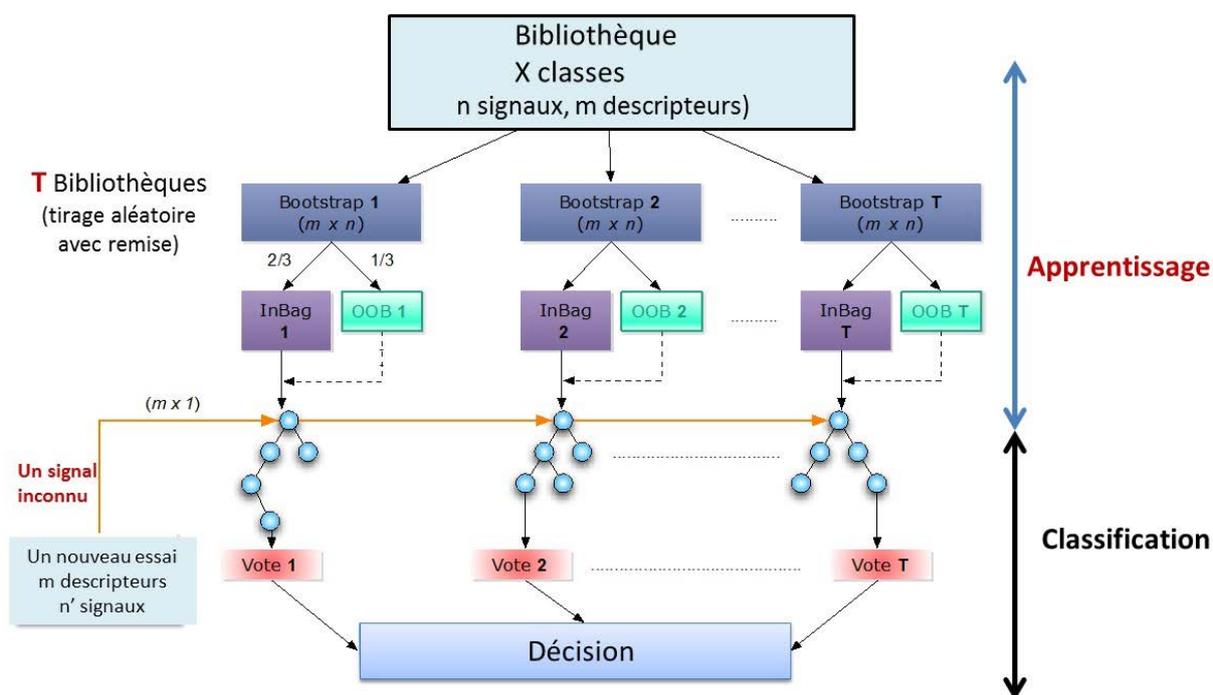


Figure II.24. Principe de la classification supervisée avec une forêt d'arbres décisionnels [220].

## IV. Corrélation d'images 2D

La technique de corrélation d'images est utilisée d'une part pour réaliser des analyses de champs de déformation sur la surface du composite jute/polyester en traction monotone, et d'autre part pour suivre le développement des fissurations matricielles sur la surface et la tranche des éprouvettes en traction monotone et en fatigue cyclique.

### IV.1. Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental est constitué d'une caméra haute définition de 2 Mpixels (1624 pixels  $\times$  1234 pixels) fixée sur un trépied permettant de régler la hauteur et la distance focale et d'une source d'éclairage utilisée de façon à ce que la caméra ait la meilleure image possible (figure II.25).

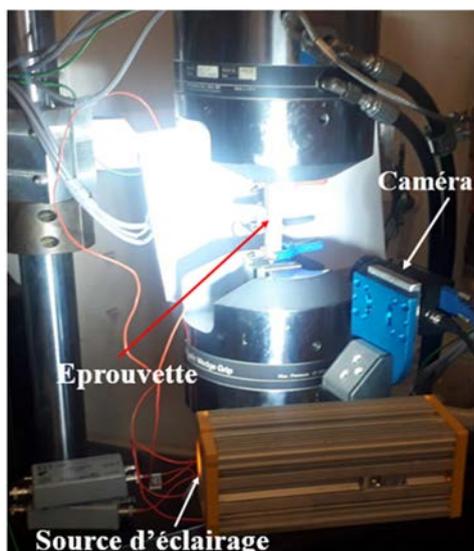


Figure II.25. Photo d'un essai de traction avec corrélation d'images et émission acoustique.

Avant le montage, l'éprouvette doit être préparée afin d'avoir une surface utilisable pour la méthode de corrélation d'images. L'éprouvette à tester est recouverte d'un « mouchetis » de peinture blanche, le plus fin et aléatoire possible, c'est à dire avec très peu de répétition de motif. En effet, plus le motif est aléatoire, plus la corrélation sera bonne. La figure II.26 présente un exemple de mouchetis obtenu à la surface d'une éprouvette de composite jute/polyester.

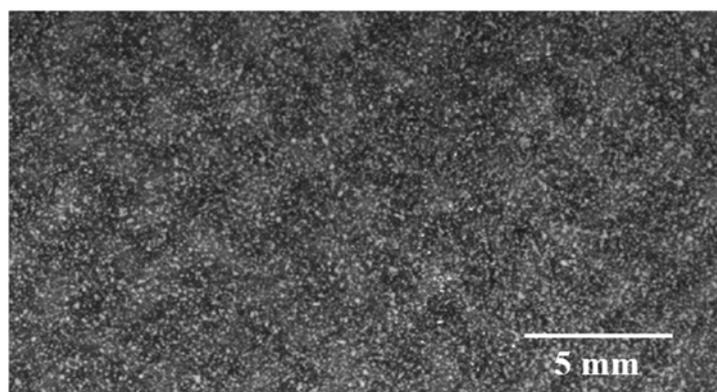


Figure II.26. Exemple d'un mouchetis déposé sur la face d'une éprouvette de composite jute/polyester.

## IV.2. Traitement des résultats

Le logiciel utilisé pour faire la corrélation est VIC-2D de Correlated Solutions. C'est un logiciel très simple à utiliser, qui permet de choisir des zones d'études de formes complexes. Pour déterminer les champs de déplacement  $\vec{U}$ , il faut minimiser le coefficient de corrélation  $C$  défini par l'équation I.15 (section V.2-chapitre I).

Le logiciel VIC-2D permet de choisir la fenêtre de corrélation ainsi que le pas entre deux points de corrélation pour déterminer les champs de déplacement. La déformation est ensuite calculée en effectuant des différences finies.

Le choix de la taille de la fenêtre de corrélation est très important pour la fiabilité des résultats. Ce choix repose sur un compromis entre la résolution spatiale et la dispersion des

mesures. En effet, une grande fenêtre de corrélation implique une plus faible dispersion au prix d'une plus faible résolution spatiale. De la même manière, une petite fenêtre de corrélation implique une bonne résolution spatiale mais avec une forte dispersion des résultats.

Le logiciel VIC-2D donne des niveaux de confiance (erreurs locales) sur les déplacements calculés : erreurs absolues exprimées en pixels. Afin de déterminer la taille de la fenêtre de corrélation, on utilise des images obtenues avant sollicitation, on fait des corrélations d'images avec différentes tailles de fenêtre, et pour chaque taille on calcule l'erreur. La taille du pas de corrélation représente un tiers de la taille de la fenêtre [223]. La figure II.27 présente l'évolution de l'erreur en fonction de la taille de la fenêtre de corrélation.

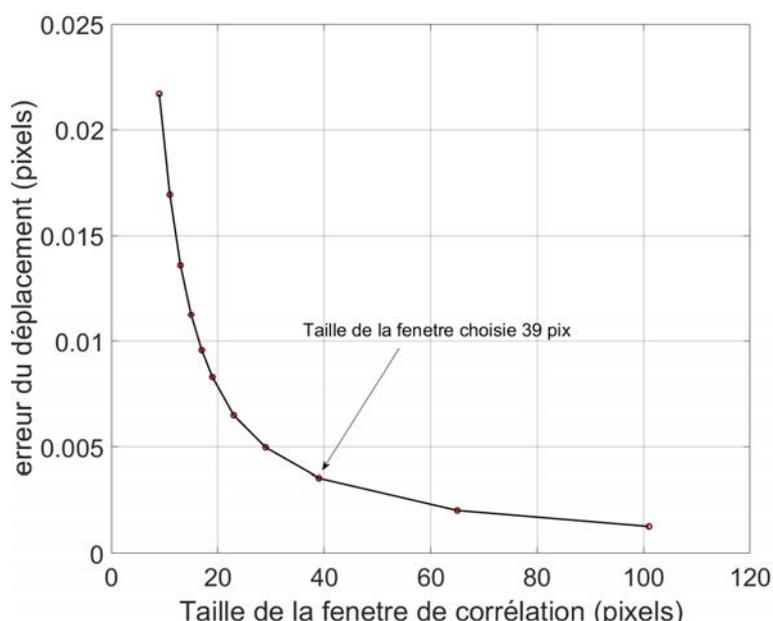


Figure IV.27. Détermination de la taille de la fenêtre de corrélation.

On remarque que l'erreur absolue du déplacement est très faible (0,023 pixels) même pour une taille de fenêtre de corrélation très petite (9 pixels), Cela témoigne de la qualité du mouchetis déposé sur la face de l'éprouvette. L'erreur diminue très rapidement en fonction de la taille de la fenêtre de corrélation. On constate qu'à partir d'une taille de 39 pixels, l'erreur diminue assez peu et atteint une asymptote.

Dans cette étude, la taille de la fenêtre de corrélation est fixée à 39 pixels avec un pas de 13 pixels. La résolution est de 7,3  $\mu\text{m}/\text{pixel}$ .

Les résidus de corrélation d'images sont calculés à l'aide d'un autre logiciel développé par Joël Lachambre au niveau du laboratoire MATEIS.

---

# Chapitre III

## Caractérisation mécanique quasi-statique du composite

<b>I. EVOLUTION DES PROPRIETES MECANIQUES.....</b>	<b>85</b>
I.1. CARACTERISATION MECANIQUE DES CONSTITUANTS DU MATERIAU COMPOSITE .....	85
I.2. COMPORTEMENT EN TRACTION DU COMPOSITE .....	87
I.3. COMPORTEMENT EN COMPRESSION DU COMPOSITE .....	96
I.4. BILAN DE L'ETUDE DES PROPRIETES MECANIQUES .....	105
<b>II. ANALYSES DE L'ENDOMMAGEMENT APRES RUPTURE .....</b>	<b>106</b>
II.1. ANALYSE DE L'ENDOMMAGEMENT EN TRACTION MONOTONE .....	106
II.2. ANALYSE DE L'ENDOMMAGEMENT EN COMPRESSION .....	114
II.3. BILAN DE L'ANALYSE DE L'ENDOMMAGEMENT APRES RUPTURE .....	118
<b>III. CORRELATION D'IMAGES EN TRACTION MONOTONE .....</b>	<b>120</b>
III.1. VALIDATION DE LA PROCEDURE EXPERIMENTALE.....	120
III.2. CARTOGRAPHIES DES DEFORMATIONS D'UNE EPROUVETTE JP_0 .....	120
III.3. CARTOGRAPHIES DES DEFORMATIONS D'UNE EPROUVETTE JP_45 .....	126
III.4. BILAN DE L'ANALYSE DES RESULTATS DE CORRELATION D'IMAGES.....	130
<b>IV. IDENTIFICATION DE LA CHRONOLOGIE DES MECANISMES D'ENDOMMAGEMENT .....</b>	<b>131</b>
IV.1. RESULTATS DE LA CLASSIFICATION NON-SUPERVEE EN TRACTION MONOTONE.....	131
IV.2. PROPOSITION DE SCENARIO D'ENDOMMAGEMENT EN TRACTION MONOTONE.....	151
IV.3. RESULTATS DE LA CLASSIFICATION NON-SUPERVEE EN COMPRESSION MONOTONE .....	153
IV.4. PROPOSITION DE SCENARIO D'ENDOMMAGEMENT EN COMPRESSION MONOTONE .....	156
<b>V. CONCLUSION DU CHAPITRE III .....</b>	<b>158</b>

---

Ce chapitre est consacré à la caractérisation du comportement mécanique et de l'endommagement d'un composite tissé jute/polyester en traction et en compression monotones. Il est constitué de quatre parties :

La première partie concerne la caractérisation des propriétés mécaniques des constituants et des composites. La caractérisation des constituants permet d'avoir une idée sur la résistance, le module de Young ainsi que la déformation à rupture de chacun d'eux et de les comparer ensuite avec ceux des composites. Pour les deux types de sollicitations, des essais monotones et cyclés sont réalisés à température ambiante afin de suivre l'évolution des propriétés mécaniques en fonction de la contrainte appliquée. L'activité acoustique globale est également abordée. Ces analyses fournissent des premiers indicateurs quant au développement de l'endommagement lors des essais.

Dans la deuxième partie, une analyse microstructurale exhaustive de l'endommagement après rupture des composites par MEB, MO et par  $\mu$ -tomographie X est présentée pour les deux modes de sollicitations. Cela permet d'identifier les différents mécanismes d'endommagement qui interviennent lors des essais mécaniques.

La troisième partie expose les résultats obtenus lors des essais de traction instrumentés par corrélation d'images. Les cartographies des déformations ainsi que les résidus de corrélation d'image sont présentés.

La dernière partie est consacrée à l'identification de la chronologie des mécanismes d'endommagement par EA. Les signaux d'EA enregistrés lors des essais sont tout d'abord regroupés en classes à l'aide d'une classification non-supervisée. Ensuite, une labellisation des classes obtenues est proposée. Elle se base sur la caractérisation *post mortem* des mécanismes d'endommagement, les observations effectuées lors des essais de traction interrompus, les résidus de corrélation d'images ainsi que les observations lors des essais de traction *in-situ* sous tomographe.

Enfin, à l'issue de toutes ces analyses, un scénario d'endommagement est établi pour chaque orientation et pour les deux types de sollicitations.

## I. Evolution des propriétés mécaniques

### I.1. Caractérisation mécanique des constituants du matériau composite

#### I.1.1. La matrice polyester

Afin de déterminer les propriétés mécaniques de la matrice polyester, des essais de traction quasi-statique ont été réalisés sur 5 échantillons de résine seule. La figure III.1 présente les courbes contrainte-déformation obtenues.

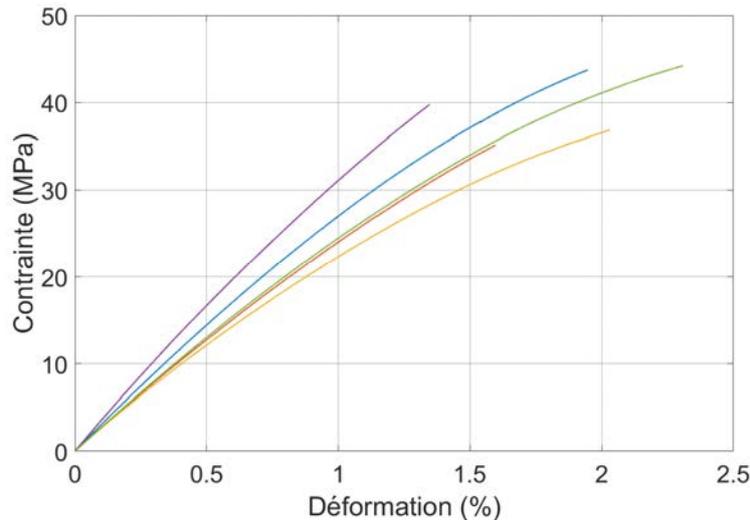


Figure III.1. Courbes contrainte-déformation obtenues lors des essais de traction monotone sur éprouvettes de matrice polyester.

La matrice polyester présente un comportement élastique jusqu'à une contrainte d'environ 7 MPa. Après cela, une déviation de la linéarité est observée avec une diminution progressive de la rigidité jusqu'à la rupture qui se produit d'une manière brutale.

Une dispersion relativement importante des niveaux de déformation à rupture est constatée entre les différents essais réalisés. Cela peut être expliqué par la sensibilité de la matrice à la présence de défauts (vides ou microfissures). Les valeurs des propriétés mécaniques sont listées dans le tableau III.1.

#### I.1.2. Fil de jute

La figure III.2 présente les courbes contrainte-déformation obtenues pour les éprouvettes de fil de jute dans le sens chaîne (figure III.2.a) et dans le sens trame (figure III.2.b). Pour les deux types de fils, on observe un pied de courbe au début de l'essai (plus marqué pour les fils de trame), probablement dû au réalignement des fibres de jute et au glissement de celles-ci les unes par rapport aux autres. En effet, les fils torsadés tendent à devenir droits, et plus l'angle de torsion est grand plus l'allongement est important. Le comportement devient ensuite quasi-linéaire jusqu'à la rupture des fils qui se produit par la rupture progressive des fibres de jute. Une dispersion importante des résultats peut être remarquée entre les essais, ce qui est une caractéristique des fibres végétales.

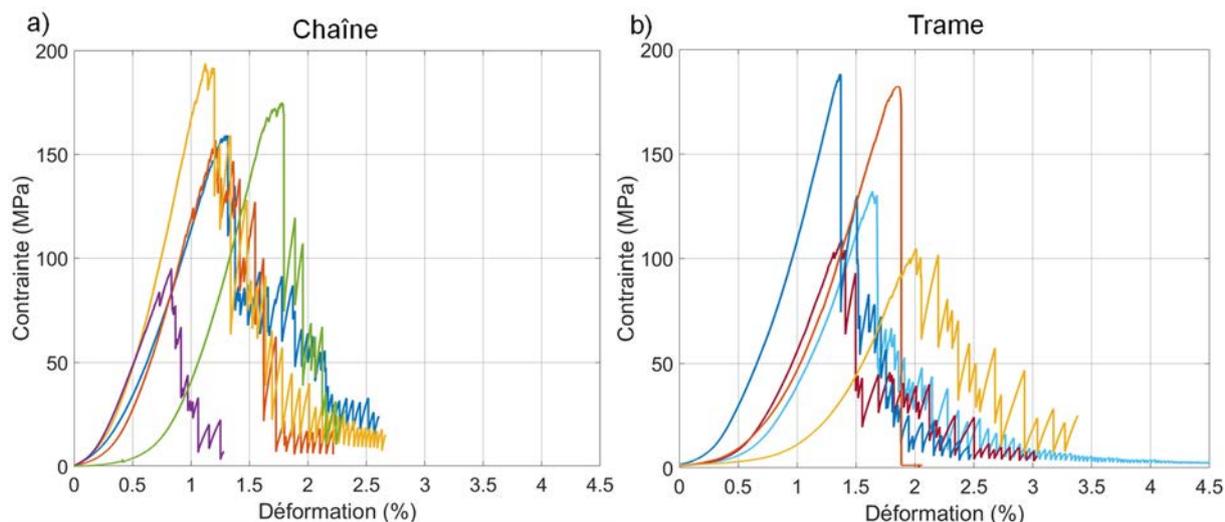


Figure III.2. Courbes contrainte-déformation obtenues pour les fils de jute ; a) sens chaîne ; b) sens trame.

Les valeurs des propriétés mécaniques mesurées sur les deux types de fils sont présentées dans le tableau III.1. Le module de Young est calculé sur la partie linéaire de la courbe (après la phase du réalignement). Les deux fils (chaîne et trame) présentent des propriétés mécaniques similaires, cela montre que le tissu est bien équilibré.

Les ordres de grandeur des propriétés mécaniques obtenues dans cette étude sont cohérents avec ceux obtenus par Saaidia et *al.* [56] et Bouguessir et *al.* [86] qui ont travaillé sur des tissus de jute similaires.

Etant donné que le fil de chaîne et le fil de trame présentent des valeurs proches pour les propriétés mécaniques, seul le comportement des tissus de jute dans le sens trame est étudié.

### I.1.3. Tissu de jute

Les courbes contrainte-déformation obtenues pour les tissus de jute sont tracées sur la figure III.3. La section du tissu est estimée en multipliant la section d'un fil par le nombre total de fils (8 fils).

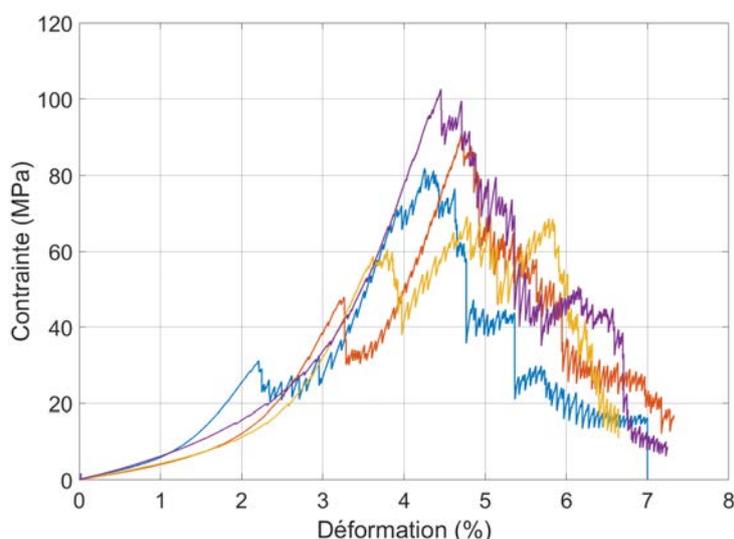


Figure III.3. Courbes contrainte-déformation des tissus de jute dans le sens trame.

Le tissu présente un comportement similaire à celui du fil sec. Le début des courbes correspond à l'alignement des fils dans la direction de la sollicitation. La ruine du tissu se produit par la rupture différée des fils qui se traduit par un comportement en dents de scie sur les courbes. On constate que le tissu présente des valeurs de contrainte à rupture et de module élastique plus faible que celles du fil du fait que les fils du tissu ne sont pas chargés en même temps. Cependant, le comportement du tissu est moins dispersé. En effet, le tissu se compose de 8 fils de jute, et un phénomène de compensation se produit.

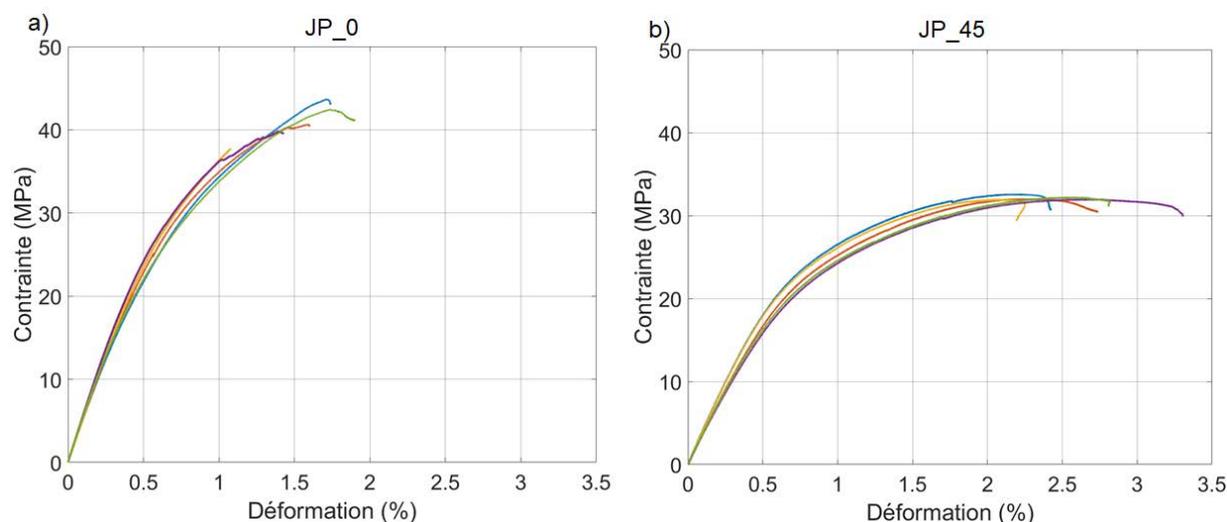
**Tableau III.1. Propriétés mécaniques des constituants du matériau composite. Les valeurs entre parenthèses représentent les coefficients de variation.**

Constituants	$\sigma_R$ (MPa)	E (GPa)	$\epsilon_R$ (%)
Matrice polyester	39 (13,3 %)	3,4 (08,0 %)	1,84 (18,34 %)
Fil de jute sens chaîne	155 (21,3 %)	19,5 (20,1 %)	1,25 (24,63 %)
Fil de jute sens trame	145 (24,8 %)	18 (17,2 %)	1,96 (15,84 %)
Tissu de jute sens trame	87 (12,8 %)	5,6 (12,4 %)	4,28 (09,68 %)

## I.2. Comportement en traction du composite

### I.2.1. Propriétés mécaniques en traction monotone

Les courbes contrainte-déformation obtenues en traction monotone pour les deux orientations sont présentées sur la figure III.4.



**Figure III.4. Courbes contrainte-déformation obtenues lors des essais de traction monotone ; a) JP\_0 ; b) JP\_45.**

Pour le composite JP\_0, les courbes montrent que le comportement mécanique du matériau est composé principalement de deux parties : une première partie linéaire sur laquelle le module de Young est calculé, associée au domaine élastique du composite, suivie d'une phase non linéaire jusqu'à la rupture, indiquant l'initiation et le développement de l'endommagement au sein du composite.

Pour le composite JP\_45, le second régime non-linéaire des courbes contrainte-déformation est plus prononcé. Cela est justifié par le fait que la contrainte appliquée se décompose en une contrainte de traction dans le sens des fils et une composante perpendiculaire au sens du fils.

Les propriétés mécaniques obtenues en traction monotone pour les deux orientations étudiées sont listées dans le tableau III.2. Les valeurs entre parenthèses représentent le coefficient de variation (CV).

**Tableau III.2. Propriétés mécaniques du composite jute/polyester (CV %).**

	$\sigma_E$ (MPa)	$\sigma_R$ (MPa)	E (GPa)	$\epsilon_R$ (%)
Matrice polyester	7 (14,5%)	39 (13,3 %)	3,4 (8,0 %)	1,84 (18,3%)
JP_0	13 (3,2 %)	43 (07,1 %)	5,9 (3,9 %)	1,58 (09,0%)
JP_45	9 (2,8 %)	31 (03,5 %)	3,6 (3,0 %)	2,70 (13,2%)

Les ordres de grandeur des propriétés mécaniques du composite JP\_0 sont cohérents avec ceux obtenus par Dobah *et al.* [89] qui ont étudié le comportement mécanique d'un composite jute/polyester avec une fraction volumique de fibres égale à 25 %.

Une très bonne reproductibilité des essais peut être observée pour les composites avec une variabilité de la contrainte à rupture inférieure à 10 %. Cela peut être expliqué par l'effet de moyennage à l'échelle du composite. En effet, sous sollicitation mécanique, la réponse de tous les renforts crée un effet de compensation des disparités entre les fibres, entraînant ainsi une faible dispersion au niveau des stratifiés. En outre, on peut remarquer que la matrice polyester présente une résistance à la traction similaire mais plus dispersée que celle des composites JP\_0. Cependant, le module de Young des composites JP\_0 est deux fois plus élevé que celui de la matrice seule. La résistance à la traction relativement faible du composite peut être due à la faible fraction volumique des fibres et/ou au fait que les fibres de jute ont été utilisées sans traitement spécifique afin d'optimiser la liaison fibre/matrice.

### I.2.2. Activité acoustique pour les essais de traction monotone

La figure III.5 présente l'évolution du nombre cumulé de signaux d'EA et de la contrainte appliquée en fonction de la déformation pour les deux orientations.

L'évolution de l'activité acoustique met en évidence l'apparition des premières sources dès le franchissement de la limite élastique pour les deux orientations. Peu de signaux d'EA sont enregistrés durant la phase linéaire du comportement mécanique du composite. L'activité acoustique évolue ensuite d'une manière progressive avant de s'accélérer très rapidement vers la fin de l'essai de traction indiquant le développement important de l'endommagement au sein des éprouvettes. On note que le nombre de signaux d'EA est plus important pour les composites JP\_45 (figure III.5.b). Cela montre que les éprouvettes de cette orientation s'endommagent plus durant l'essai mécanique.

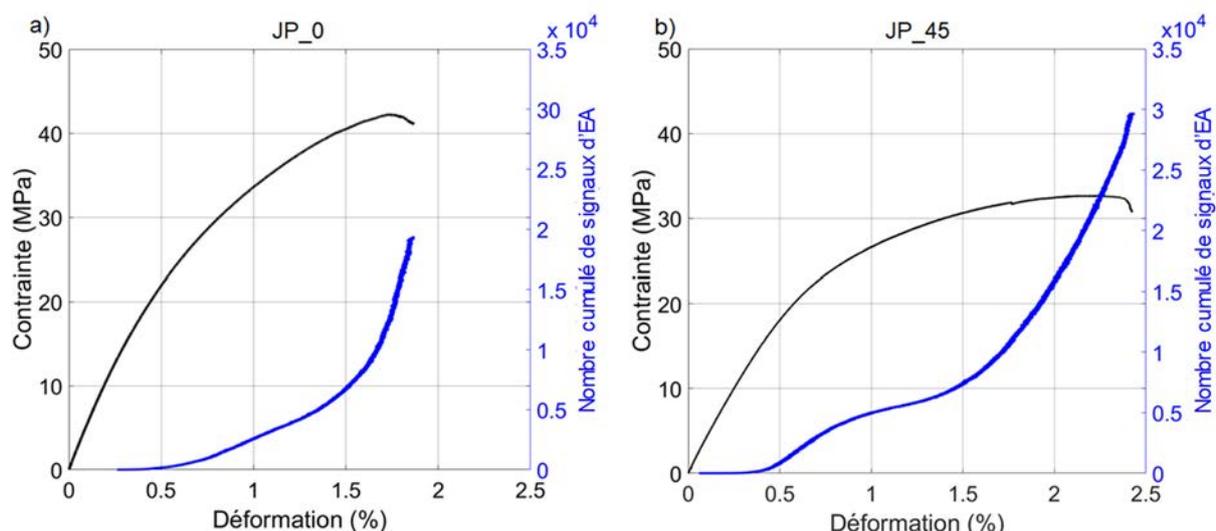


Figure III.5. Evolution de la contrainte et du nombre cumulé des signaux d'EA en fonction de la déformation ; a) JP\_0 ; b) JP\_45.

L'évolution de la sévérité des signaux d'EA calculée avec l'équation II.4 (section III.2.1- Chapitre II) est présentée sur la figure III.6. Ce paramètre permet d'étudier la cinétique d'apparition des sources les plus énergétiques (les endommagements les plus critiques).

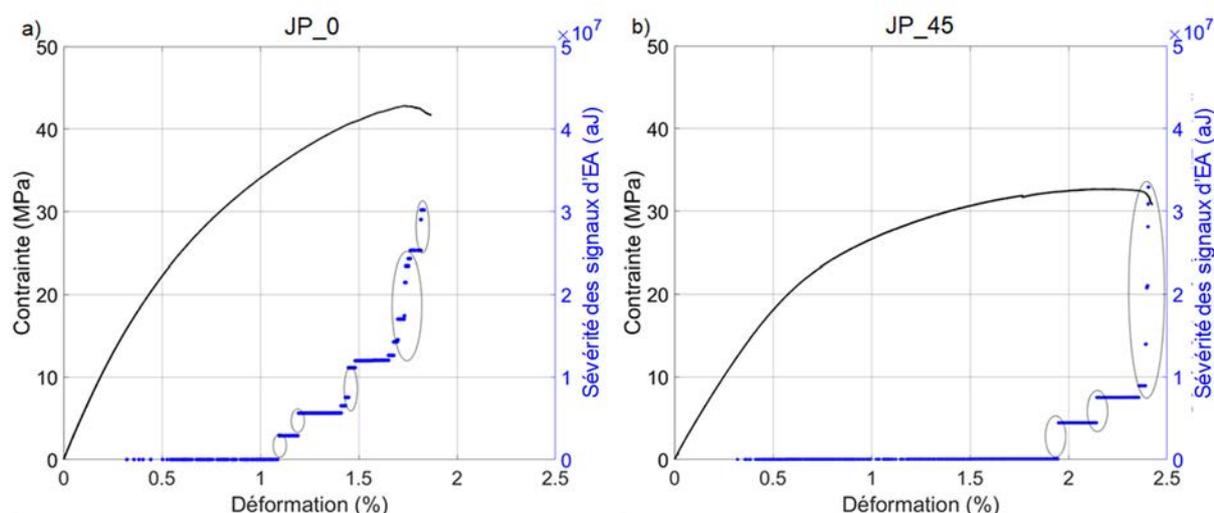


Figure III.6. Evolution de la contrainte et de la sévérité des signaux d'EA en fonction de la déformation ; a) JP\_0 ; b) JP\_45.

L'étude de ce paramètre indique qu'une grande partie de l'énergie acoustique est contenue dans un nombre faible de signaux (la sévérité étant calculée en tenant compte des 10 signaux les plus énergétiques). L'activation d'un mécanisme d'endommagement sévère peut être à l'origine de ces signaux

Pour le composite JP\_0, on remarque que ces signaux très énergétiques commencent à apparaître dès le milieu de l'essai de traction (figure III.6.a). Puis, leur cinétique d'évolution augmente progressivement avant de s'accélérer vers la fin de l'essai. Pour les JP\_45, les signaux énergétiques se produisent vers la fin de l'essai (figure III.6.b), leur cinétique s'accélère drastiquement juste avant la ruine totale de l'éprouvette.

**I.2.3. Evolution des propriétés mécaniques lors des essais de traction cyclée**

Les essais de traction cyclée sont réalisés comme décrits dans la section II.2.2-Chapitre II. L'incrément de déplacement pour la phase de chargement est fixé à 200  $\mu\text{m}$  pour les JP\_0, et à 250  $\mu\text{m}$  pour les JP\_45.

La figure III.7 présente l'évolution des courbes de traction cyclée superposées avec celles de la traction monotone obtenues pour les deux orientations.

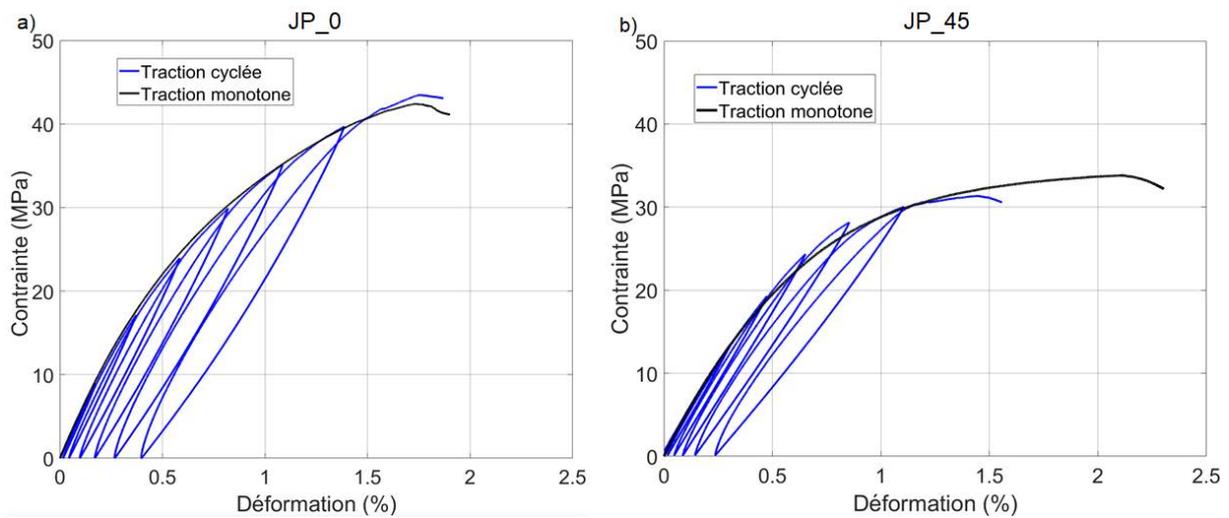


Figure III.7. Superposition de la courbe de traction cyclée et monotone ; a) JP\_0 ; b) JP\_45.

La courbe enveloppe de l'essai cyclé coïncide bien avec la courbe de l'essai de traction monotone. On retrouve le comportement non linéaire avec des boucles d'hystérésis bien ouvertes.

L'évolution des modules élastiques définis précédemment (section II.2.2-Chapitre II) en fonction de la contrainte maximale de chaque cycle est présentée sur la figure III.8. Tous les modules sont normalisés par leur valeur initiale. Les résultats représentent la moyenne des résultats des deux essais.

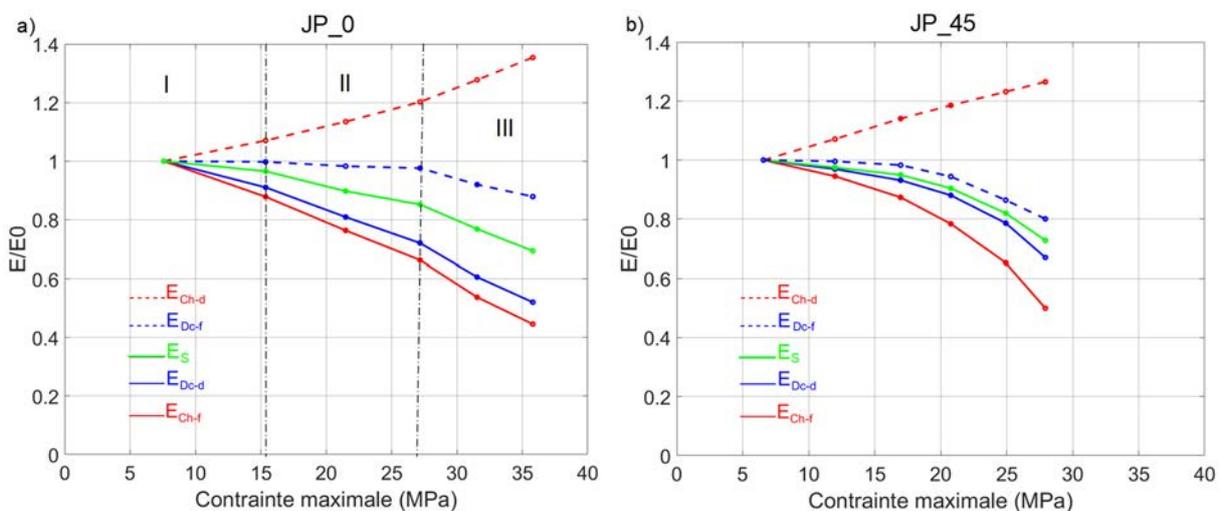


Figure III.8. Evolution des modules normalisés en fonction de la contrainte maximale appliquée. a) JP\_0 ; b) JP\_45.

Les tendances des courbes montrent que pour les deux orientations, les modules tangents mesurés en haut de la boucle d'hystérésis ( $E_{Ch-f}$  et  $E_{Dc-d}$ ) diminuent fortement alors que celui mesuré en début de la phase de charge ( $E_{Ch-d}$ ) augmente en fonction de la contrainte maximale. Le module mesuré en fin de la phase de déchargement ( $E_{Dc-f}$ ) évolue relativement peu.

L'augmentation du module  $E_{Ch-d}$  peut être liée aux phénomènes d'hystérésis. En effet, l'augmentation de l'aire des boucles provoque une variation forte des extrema de celles-ci, comme le montre la figure III.9 où la troisième et la dernière boucle sont tracées.

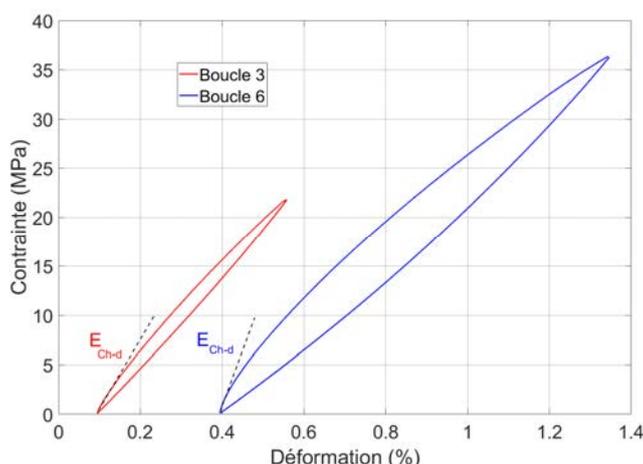


Figure III.9. Illustration du phénomène de gonflement des boucles d'hystérésis.

On constate également que les boucles ne sont pas symétriques entre la phase de chargement et la phase de déchargement, ce qui peut expliquer les différences entre l'évolution des modules mesurés.

S'agissant du module élastique sécant ( $E_s$ ), il est intéressant de remarquer qu'il moyenne l'évolution des modules  $E_{Dc-f}$ ,  $E_{Ch-f}$  et  $E_{Dc-d}$ . Donc, ce dernier reste le plus pertinent car il prend en compte tous les phénomènes qui se produisent lors de la sollicitation mécanique du matériau composite et qui modifient sa rigidité.

Pour les composites JP\_0 (figure III.8.a), le module élastique sécant évolue en trois phases. Durant les deux premiers cycles (phase I), pour une contrainte inférieure à 15 MPa, le module évolue peu. Sa valeur passe de 1 à environ 0,97. Ensuite, entre le deuxième et le quatrième cycle (phase II), la chute du module s'accélère et sa valeur passe de 0,97 à 0,85 indiquant le développement de l'endommagement. Au-delà du quatrième cycle, c'est-à-dire quand la contrainte de chargement dépasse les 27 MPa (phase III), le module chute très rapidement de 0,85 à 0,69. La rupture de l'éprouvette se produit juste après, durant le rechargement de celle-ci.

Pour les composites JP\_45 (figure III.8.b), l'abaissement du module sécant se produit d'une manière progressive et très lente durant les quatre premiers cycles, sa valeur passe de 1 à 0,90. Au-delà du quatrième cycle, la chute du module s'accélère rapidement et sa valeur passe de 0,9 à 0,7.

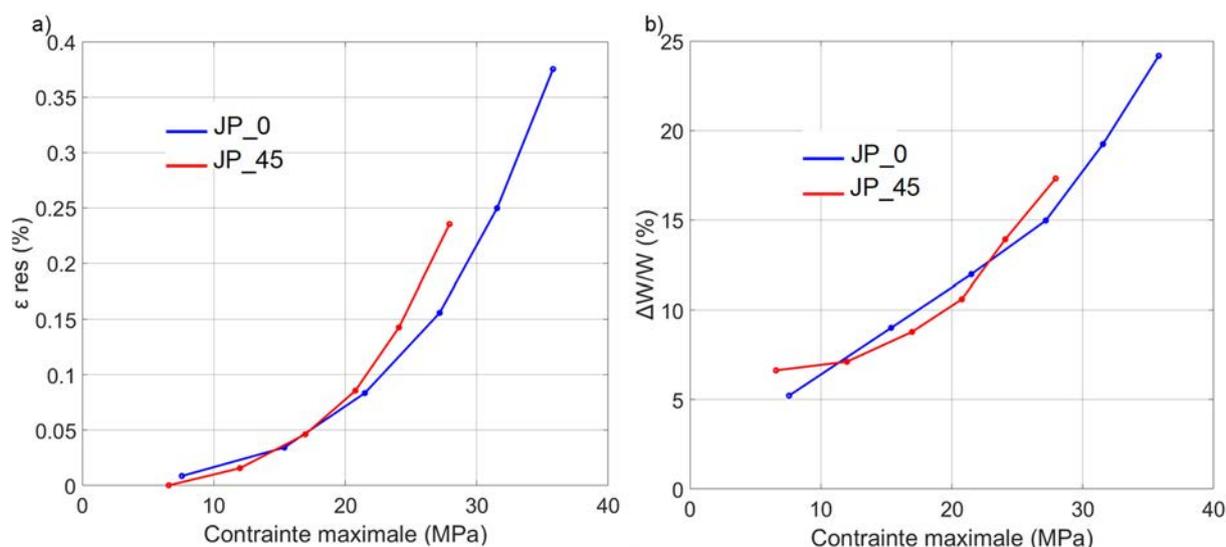


Figure III.10. Evolution de la déformation résiduelle (a) et du frottement interne (b) en fonction de la contrainte maximale appliquée.

La figure III.10 présente l'évolution de la déformation résiduelle ainsi que celle du frottement interne en fonction de la contrainte maximale appliquée. On remarque l'apparition d'une déformation permanente dès que la limite élastique est atteinte (figure III.10.a), puis, elle évolue rapidement avec l'augmentation de la contrainte maximale. Ce phénomène est observé pour les 2 orientations étudiées (JP\_0 et JP\_45) et peut être expliqué par l'accumulation de l'endommagement dans le composite au cours de l'essai. En effet, le développement des fissurations matricielles et/ou des décohésions fibre/matrice provoque des frottements durant la phase de décharge empêchant le retour à l'état initial.

Les niveaux de déformation obtenus pour les composites JP\_0 sont plus importants. Cela est dû à la rupture relativement précoce des éprouvettes du composite JP\_45 lors du chargement cyclé.

L'évolution du frottement interne en fonction de la contrainte de chargement maximale est tracée sur la figure III.10.b. Ce paramètre permet de quantifier l'énergie liée aux frottements générés lors des cycles [146].

Un frottement interne important apparaît dès le premier cycle de chargement pour les deux orientations. On constate qu'il évolue avec la même tendance que celle du module élastique sécant pour les deux orientations. Une sollicitation de l'interface fibre/matrice précoce pourrait être à l'origine de l'apparition d'un frottement interne aussi important.

#### I.2.4. Activité acoustique pour les essais de traction cyclée

Comme pour les essais de traction monotone, tous les essais cyclés ont été suivis par EA, la figure III.11 présente l'activité acoustique en fonction du temps superposée avec la courbe de chargement.

Pour les deux orientations, l'activité acoustique apparaît lors du deuxième cycle de charge-décharge juste après le franchissement de la limite élastique, (13 MPa pour les composites JP\_0 et 9 MPa pour les composites JP\_45). Ce résultat est cohérent avec celui

obtenu pour les essais de traction monotone. On constate que toute l'activité acoustique est détectée en haut des cycles.

Au cours des premiers cycles, aucun signal n'est enregistré lors de la phase de décharge, ces derniers commencent à apparaître durant le cinquième cycle pour les JP\_0 et le quatrième cycle pour les JP\_45. Ils sont peu nombreux et peu énergétiques. L'apparition de ces signaux peut être liée au phénomène de frottements car, pour le même niveau de chargement une augmentation du frottement interne est constatée (figure III.10.b).

L'activité acoustique cumulée en fonction du temps indique qu'environ la moitié de l'activité acoustique est enregistrée durant le dernier chargement pour les composites JP\_0, alors que pour les composites JP\_45, le matériau est plus émissif durant les cycles de charge-décharge précédant la rupture.

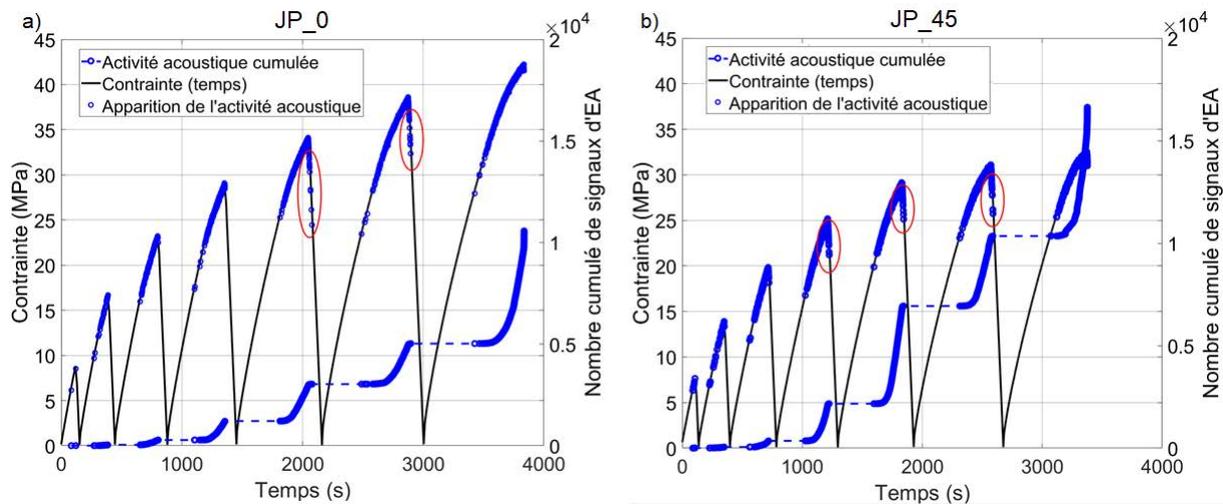


Figure III.11. Evolution de la contrainte et du nombre cumulé des signaux d'EA en fonction du temps durant l'essai de traction cyclée ; a) JP\_0 ; b) JP\_45.

Le rapport Felicity (section III.2.1-Chapitre II) est déterminé pour ces essais. Le résultat est présenté par la figure III.12.

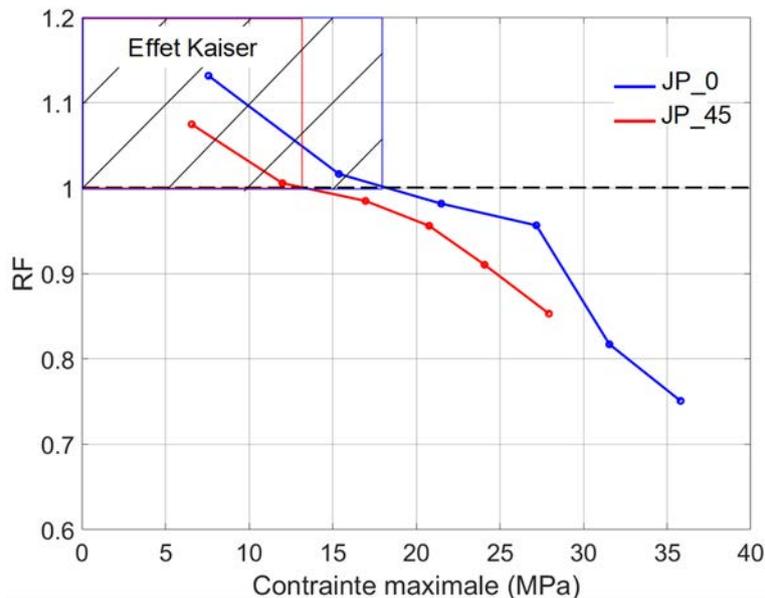
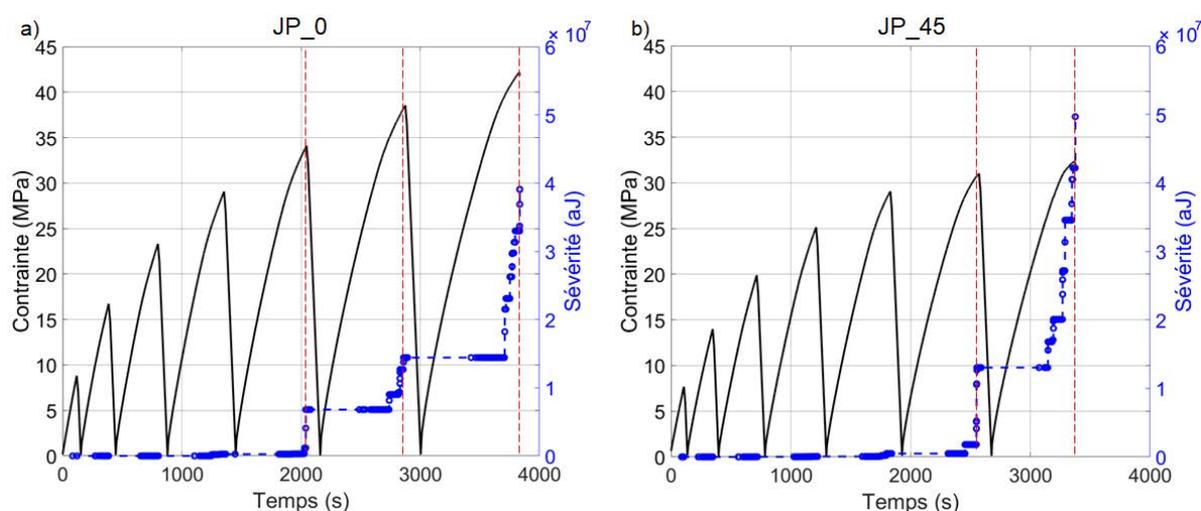


Figure III.12. Evolution du rapport Felicity en fonction de la contrainte maximale appliquée.

Les deux premiers cycles de charge-décharge se caractérisent par un effet Kaiser. Peu d'endommagement est enregistré durant ces cycles. L'effet Felicity apparaît au troisième cycle (au-delà de la limite élastique) pour les deux orientations. La reprise de l'activité acoustique s'effectue à des contraintes inférieures à celles des cycles précédents indiquant le développement de l'endommagement au sein des composites.

Il est intéressant de noter que l'évolution du RF est corrélée avec celle du module élastique sécant (figure III.8) et du frottement interne (figure III.10.b) pour les deux types de composites. On retrouve l'accélération rapide de la chute après le quatrième cycle. L'évolution de la sévérité des signaux d'EA et celle de la contrainte appliquée en fonction du temps sont présentées sur la figure III.13. On remarque que les signaux énergétiques apparaissent au moment de l'accélération de l'évolution des paramètres mécaniques et du RF pour les deux orientations. Cela peut être relié à l'apparition d'un endommagement sévère et une sollicitation très importante des interfaces fibre/matrice.

On constate en outre que les niveaux d'énergie atteints lors des essais de traction cyclée sont proches de ceux atteints en traction monotone. Pour les deux orientations, tous les événements énergétiques sont enregistrés en haut des cycles à la fin de la phase de chargement.



**Figure III.13.** Evolution de la contrainte et de la sévérité des signaux d'EA en fonction du temps durant l'essai de traction cyclée ; a) JP\_0 ; b) JP\_45.

Sur la figure III.14, l'évolution de la proportion de l'activité acoustique et celle de l'énergie acoustique enregistrées lors de chaque cycle sont comparées avec l'évolution des paramètres mécaniques en fonction de la contrainte maximale appliquée. Le pourcentage de l'énergie acoustique (ou le nombre de signaux) correspond au ratio entre l'énergie (ou le nombre de signaux) enregistrée au cours du cycle  $i$  et l'énergie (ou le nombre de signaux) totale en fin d'essai.

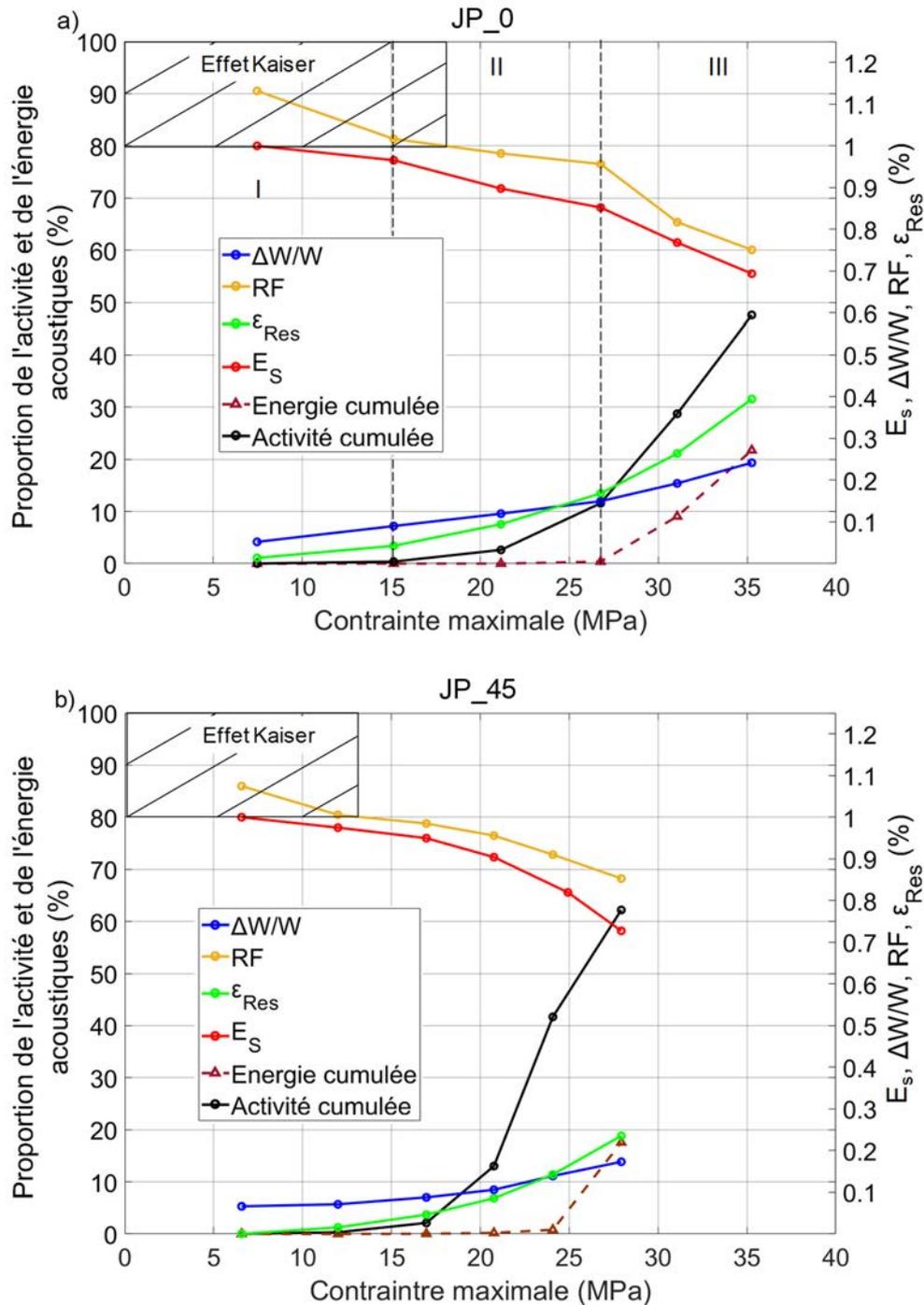


Figure III.14. Evolution de la proportion de l'activité acoustique et de l'énergie acoustique ainsi que celle des propriétés mécaniques en fonction de la contrainte maximale appliquée; a) JP\_0 ; b) JP\_45.

Une bonne corrélation entre l'évolution des paramètres mécaniques et acoustiques est constatée pour les deux orientations. Pour les composites JP\_0 (figure III.14.a), on remarque que lors des deux premiers cycles (phase I), peu d'activité acoustique est enregistrée (0,3 % de l'activité totale), le module élastique sécant évolue peu (0,97) et l'effet Kaiser est respecté. Cela indique que le composite subit peu d'endommagement durant ces cycles. Entre le deuxième et le quatrième cycle (phase II), on constate une accélération de l'activité acoustique (15% de l'activité totale) accompagnée d'une légère baisse du module élastique sécant (de 0,97 à 0,85).

L'effet Felicity apparaît. Toutefois, l'énergie acoustique enregistrée durant cette phase représente seulement 1% de l'énergie totale. Ces résultats montrent que le composite commence à s'endommager mais cet endommagement reste peu sévère.

Au-delà du quatrième cycle (phase III), c'est à dire quand la contrainte de chargement dépasse les 27 MPa, une accélération très rapide de l'activité acoustique et une augmentation soudaine de l'énergie acoustique sont observées (la proportion passe de 15 à 48% pour l'activité et de 0,3 à 23% pour l'énergie). Cela est accompagné d'une chute importante du module élastique sécant et du rapport Felicity ainsi qu'une augmentation du frottement interne et de la déformation résiduelle. Un mécanisme d'endommagement énergétique et sévère est probablement apparu au cours de ces cycles avec une sollicitation importante de l'interface fibre/matrice générant des phénomènes de frottement. L'éprouvette rompt durant le rechargement suivant au cours duquel 50% de l'activité acoustique et 77% de l'énergie acoustique sont enregistrées. Durant le dernier cycle, l'endommagement s'accumule entraînant la ruine totale de l'éprouvette.

Pour le composite JP\_45, un comportement similaire peut être observé. Cependant, cette orientation subit plus d'endommagement au cours des cycles (avec une proportion de signaux de 68%) précédant la rupture. Les événements énergétiques s'activent plus tardivement (durant le dernier cycle), 88% de l'énergie est enregistrée durant le dernier chargement.

### I.3. Comportement en compression du composite

#### I.3.1. Propriétés mécaniques en compression monotone

Les courbes contrainte-déformation des composites JP\_0 et JP\_45 obtenues en compression monotone sont présentées sur la figure III.15.

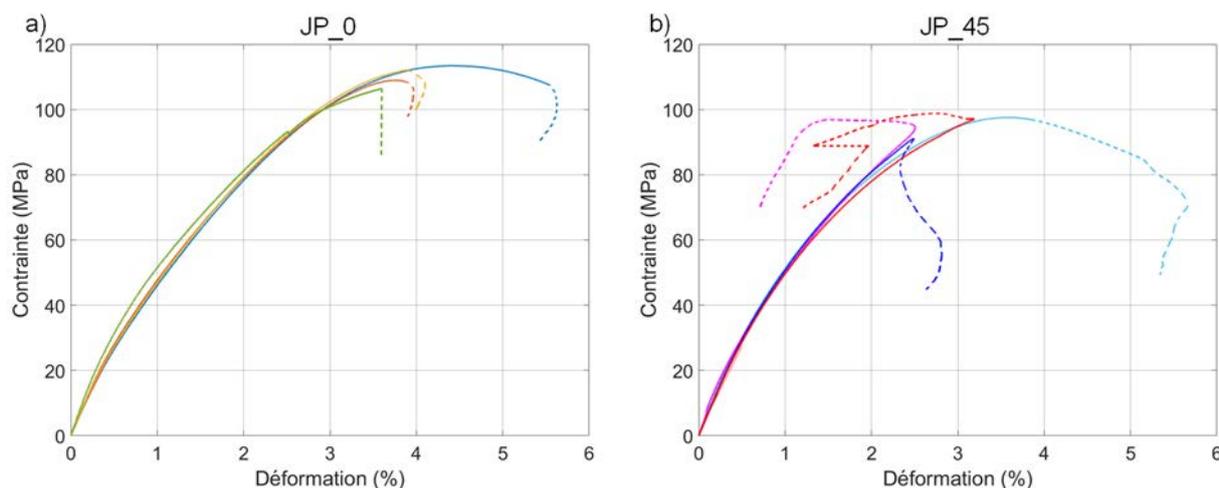


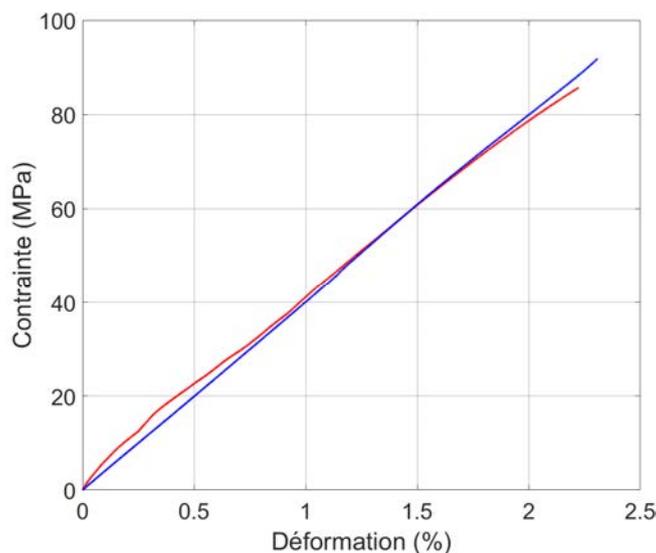
Figure III.15. Courbes contrainte-déformation obtenues lors des essais de compression monotone ; a) JP\_0 ; b) JP\_45.

Les deux composites présentent un comportement mécanique similaire composé de deux phases : une phase linéaire jusqu'à une contrainte d'environ 20 MPa, suivie d'une phase non linéaire (plus marquée pour les composites JP\_45) jusqu'à la rupture. Contrairement à ce qui a été observé en traction monotone, les courbes de compression passent par un maximum de

contrainte. A ce niveau-là, un délaminage des plis plus ou moins marqué selon les essais apparaît, ce qui provoque des artéfacts de mesure de déformation clairement visibles sur les courbes mécaniques (partie en pointillé).

Godwa *et al.* [25] et Acha *et al.* [74] ont effectué la caractérisation mécanique en compression d'un composite tissé jute/polyester et ont observé un comportement similaire. D'après Gowda *et al.* [25], le comportement du composite après le dépassement de la contrainte maximale est lié à la rupture progressive des fibres. Il ressort aussi de leurs travaux que la résistance mécanique du composite tissé jute polyester sollicité en compression dépend fortement de la résistance de la matrice polyester.

Ainsi, deux essais de compression monotones ont été réalisés sur des éprouvettes de matrice polyester afin de comparer son comportement avec celui des composites. Les courbes obtenues sont présentées sur la figure III.16. La matrice polyester présente un comportement mécanique quasi-linéaire jusqu'à la rupture avec très peu de dispersion entre les deux essais. En effet, en compression, la matrice est moins sensible aux défauts microstructuraux qu'en traction, car en compression les fissures se referment au fur et à mesure du chargement. On note un flambage important des éprouvettes de résine seule avant la rupture.



**Figure III.16. Courbes contrainte-déformation obtenues lors des essais de compression monotone sur la matrice polyester.**

Les propriétés mécaniques mesurées en compression pour les composites et la matrice polyester sont listées dans le tableau III.3. Les contraintes et déformations reportées correspondent aux coordonnées du point où les courbes atteignent la valeur maximale. On constate que les deux orientations présentent des valeurs du module de Young très proches. La contrainte maximale mesurée pour les composites JP\_0 est sensiblement supérieure à celle mesurée pour les composites JP\_45. Cela montre que l'orientation des fibres a peu d'effet sur le comportement global en compression. Cependant le composite JP\_45 présente un délaminage des plis plus marqué.

La résistance élevée de la matrice seule en compression contribue fortement aux performances des composites étudiés. Ceci est cohérent avec les résultats de Gowda *et al.* [25]

et Acha *et al.* [74]. Par ailleurs, le module de Young des composites est supérieur à celui de la résine seule de 40%, montrant ainsi un rôle non négligeable du renfort fibreux.

La résistance maximale des composites et de la matrice polyester mesurée en compression est supérieure à celle mesurée en traction (2,5 fois supérieure pour le JP\_0, 3 fois supérieure pour le JP\_45 et 2 fois supérieure pour la résine seule (figure III.17)). Les modules de Young des composites JP\_0 et de la matrice polyester en compression sont sensiblement supérieurs à ceux obtenus en traction (14 % pour le JP\_0 et 19 % pour la résine seule), tandis que pour le JP\_45, ce module est 2 fois supérieur en compression qu'en traction.

Tableau III.3. Propriétés mécaniques en compression des composites (JP\_0 et JP\_45) et de la matrice polyester (CV % ).

	$\sigma_E$ (MPa)	$\sigma_R$ (MPa)	E (GPa)	$\epsilon_R$ (%)
Matrice polyester	/	89 (2,9 %)	4,2 (05,8 %)	2,26 (01,76 %)
JP_0	19,8 (1,2 %)	110 (2,5 %)	6,8 (06,6 %)	3,91 (07,81 %)
JP_45	19,4 (1,8 %)	96 (3,1 %)	6,2 (10,0 %)	2,64 (28,13 %)

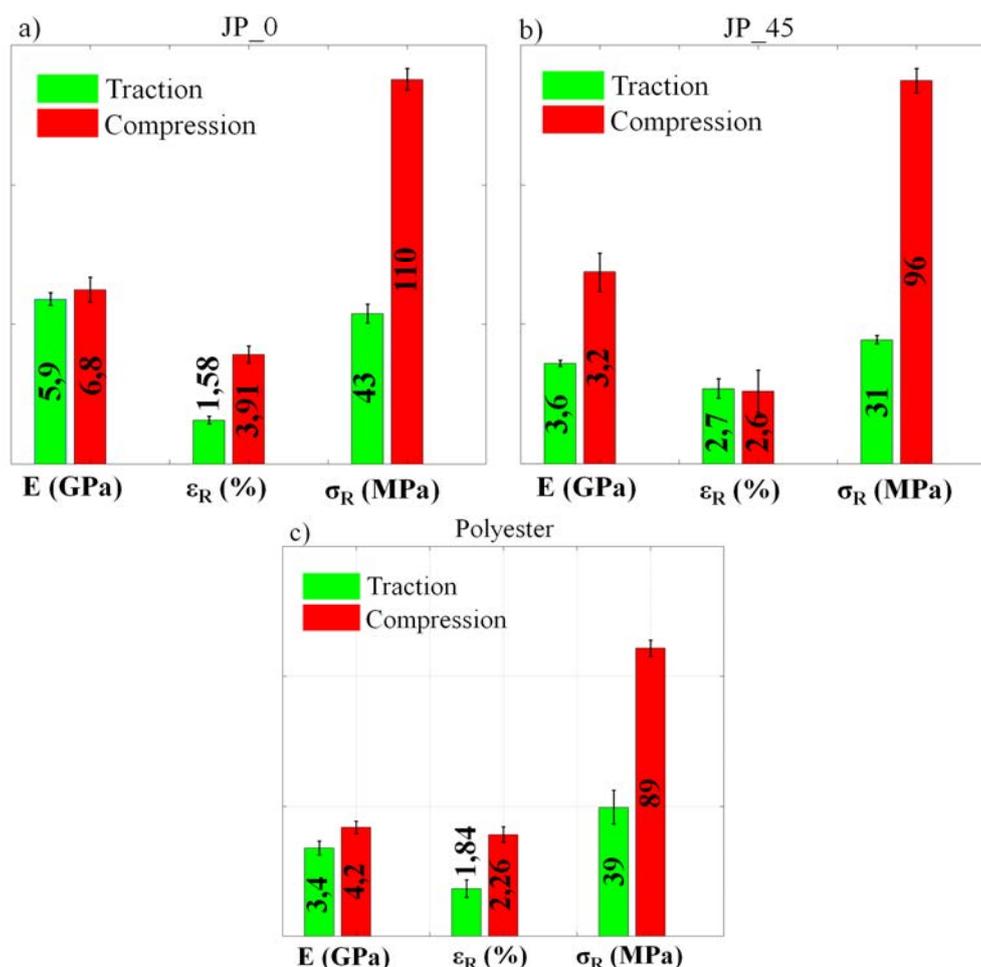


Figure III.17. Comparaison des propriétés mécaniques en traction et en compression. a) JP\_0 ; b) JP\_45 ; c) résine polyester.

### I.3.2. Activité acoustique lors des essais de compression monotone

Afin de ne pas être perturbé par le problème de mesure de déformation rencontré lors des essais de compression, les résultats de l'analyse d'EA sont présentés en fonction du temps. La figure III.18 présente l'évolution du nombre cumulé des signaux d'EA en fonction du temps superposé avec la courbe de chargement.

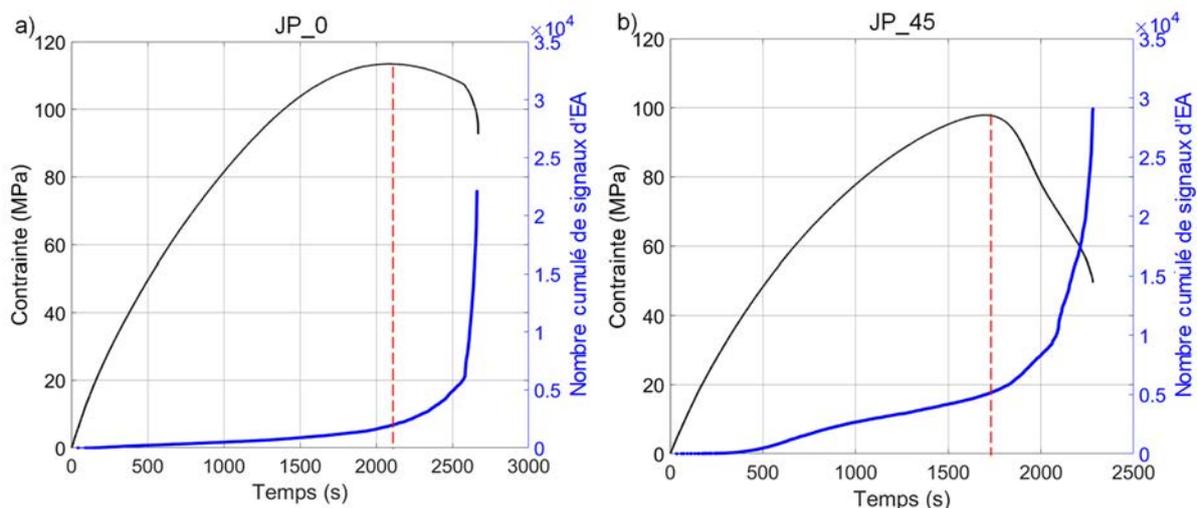


Figure III.18. Evolution de la contrainte et du nombre cumulé des signaux d'EA en fonction du temps lors d'un essai de compression monotone ; a) JP\_0 ; b) JP\_45.

Les premières sources d'EA sont activées dès le début de l'essai pour les deux types de composites (JP\_0 et JP\_45). Le nombre cumulé de sources augmente très lentement durant l'essai de compression. Arrivé au maximum de la contrainte, la cinétique d'évolution s'accélère très rapidement jusqu'à la rupture des éprouvettes témoignant d'un développement très important de l'endommagement.

La localisation des événements d'EA (figure III.19) indique que la plus grande partie des événements acoustiques sont situés dans la zone délaminiée (dans laquelle la rupture a eu lieu).

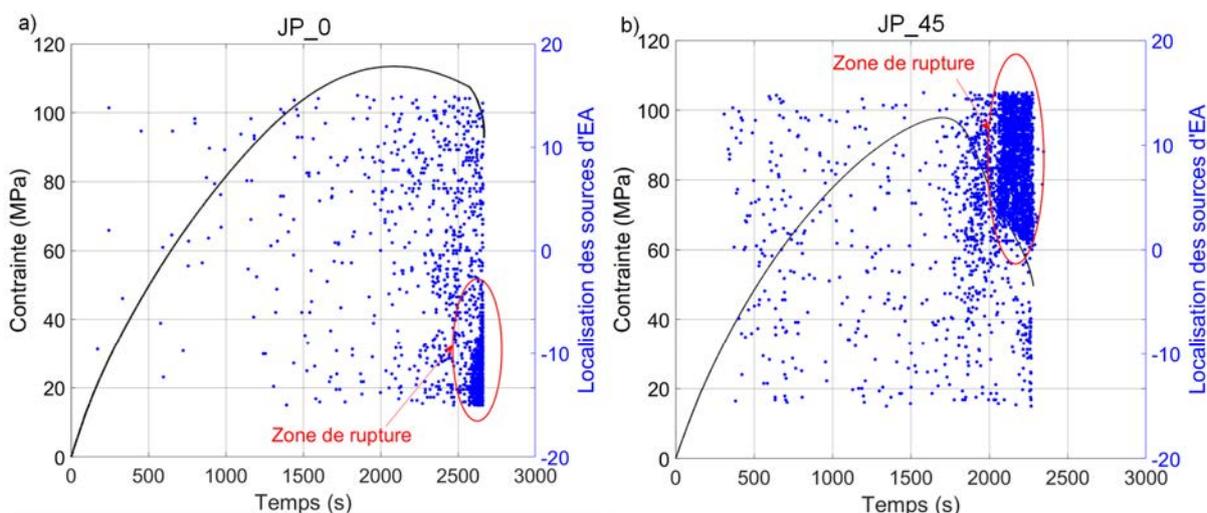


Figure III.19. Evolution de la contrainte et localisation des sources d'EA en fonction du temps lors d'un essai de compression monotone ; a) JP\_0 ; b) JP\_45.

L'évolution de la sévérité des signaux d'EA en fonction du temps est tracée sur la figure III.20. Pour les composites JP\_0, les premiers sauts énergétiques apparaissent juste avant que la contrainte atteigne sa valeur maximale. A partir du moment où la contrainte commence à diminuer (apparition du délaminage), la cinétique d'apparition de ces signaux énergétiques s'accélère très rapidement entraînant la ruine de l'éprouvette.

Pour le composite JP\_45, aucun saut énergétique n'est observé avant le maximum de la contrainte, ils apparaissent vers la fin de l'essai et leur nombre augmente très rapidement juste avant la rupture de l'éprouvette.

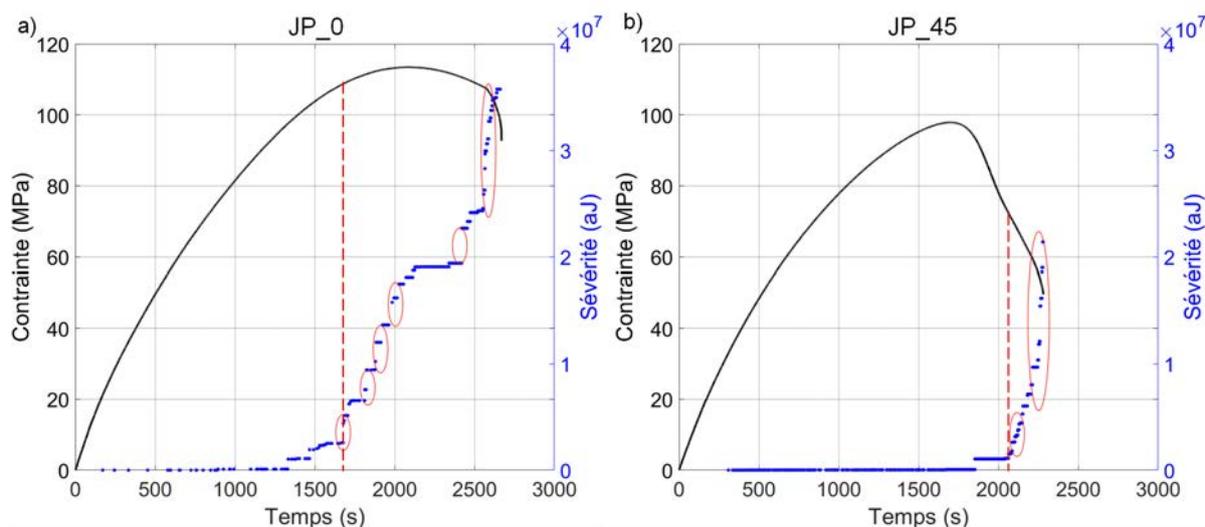


Figure III.20. Evolution de la contrainte et de la sévérité des signaux d'EA en fonction du temps pour un essai de compression monotone. a) JP\_0 ; b) JP\_45.

### I.3.3. Evolution des propriétés mécaniques lors des essais de compression cyclée

Pour les essais de compression cyclée, l'incrément de déplacement pour la phase de charge est fixé à 200  $\mu\text{m}$  pour les deux orientations étudiées. La figure III.21 présente l'évolution des courbes de compression cyclée superposées avec celles de la compression monotone.

Une bonne coïncidence des deux courbes peut être observée pour les deux orientations étudiées. Les trajets de remise en charge se confondent quasiment avec la courbe de l'essai monotone.

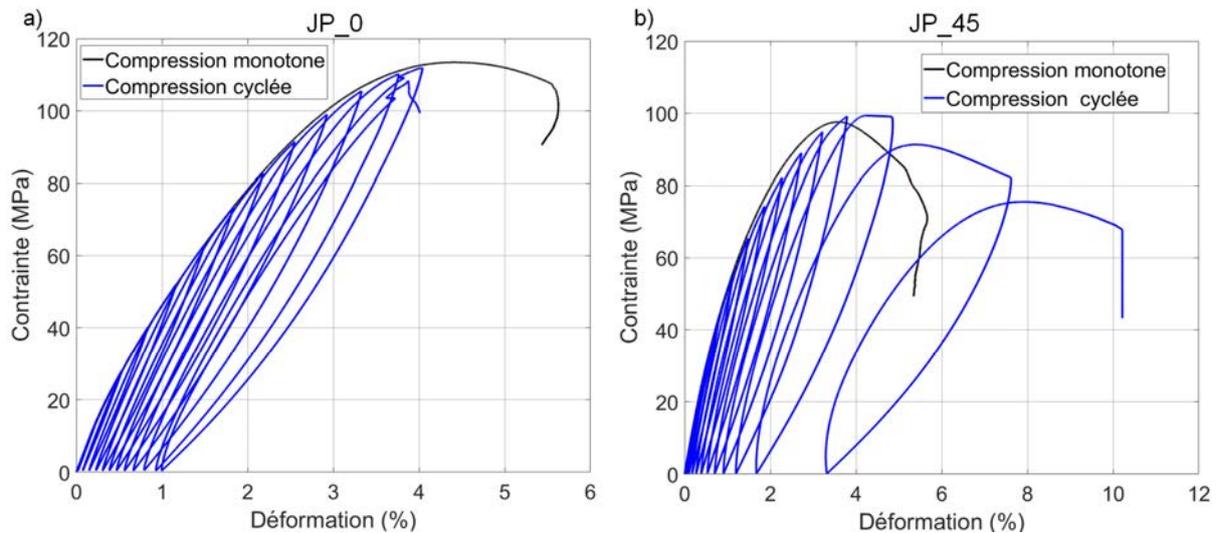


Figure III.21. Superposition de la courbe de compression cyclée et monotone ; a) JP\_0 ; JP\_45.

La figure III.22 présente l'évolution des modules élastiques définis précédemment en fonction de la contrainte de chargement maximale.

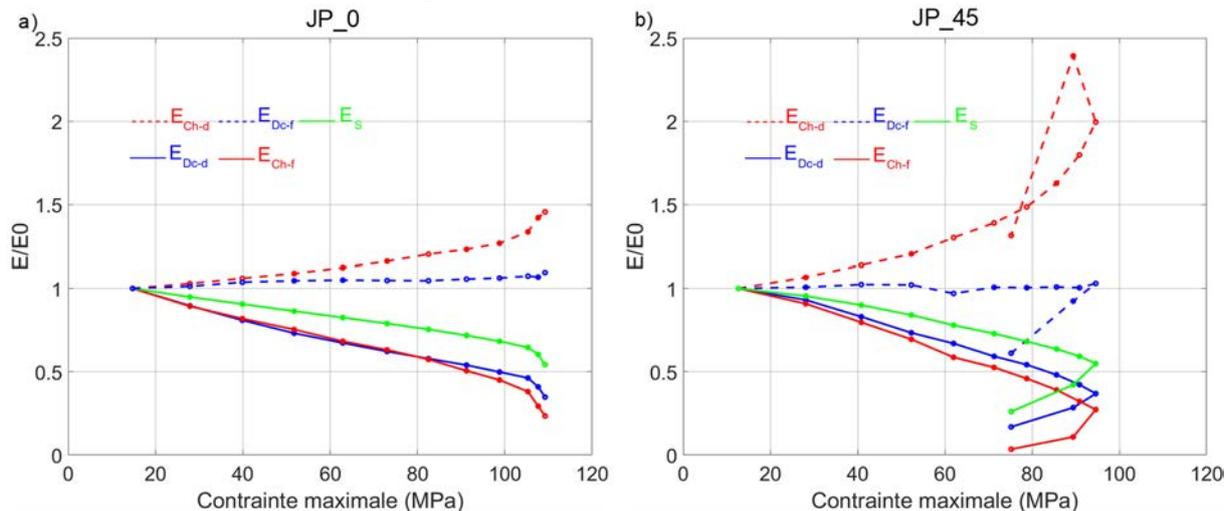


Figure III.22. Evolution des modules normalisés en fonction de la contrainte maximale appliquée lors des essais de compression cyclée ; a) JP\_0, b) JP\_45.

Comme pour les essais de traction cyclée, on peut remarquer que le module élastique sécant moyenne l'évolution des modules élastiques tangents ( $E_{Dc-f}$ ,  $E_{Dc-d}$  et  $E_{Ch-f}$ ). C'est pourquoi celui-ci sera principalement considéré pour les discussions.

La diminution du module élastique sécant en compression est très importante. On constate que pour les deux orientations, le module élastique sécant chute avec une tendance quasi-linéaire en fonction de la contrainte appliquée avec une accélération de la diminution durant les derniers cycles. La perte de rigidité au cycle où la contrainte atteint sa valeur maximale est du même ordre de grandeur pour les deux orientations (55%). Pour les JP\_0, la rupture de l'éprouvette s'est produite juste après, durant le rechargement suivant, tandis que pour les JP\_45, une baisse de la contrainte peut être remarquée, accompagnée d'une chute importante du module élastique sécant (88%).

L'évolution de la déformation résiduelle et du frottement interne en fonction de la contrainte maximale appliquée est tracée sur la figure III.23. Comme pour l'évolution du module élastique sécant, les déformations résiduelles pour les deux orientations évoluent d'une manière similaire avant la contrainte maximale. La déformation résiduelle évolue progressivement durant l'essai avant s'accélérer vers la fin de l'essai (figure III.23.a).

La figure III.23.b met en évidence des valeurs de frottement interne dépassant les 30%. Ce dernier évolue d'une manière similaire à celle du module élastique sécant et de la déformation résiduelle (figure III.22 et figure III.23.a). Une augmentation importante du frottement interne est observée lors des deux derniers cycles.

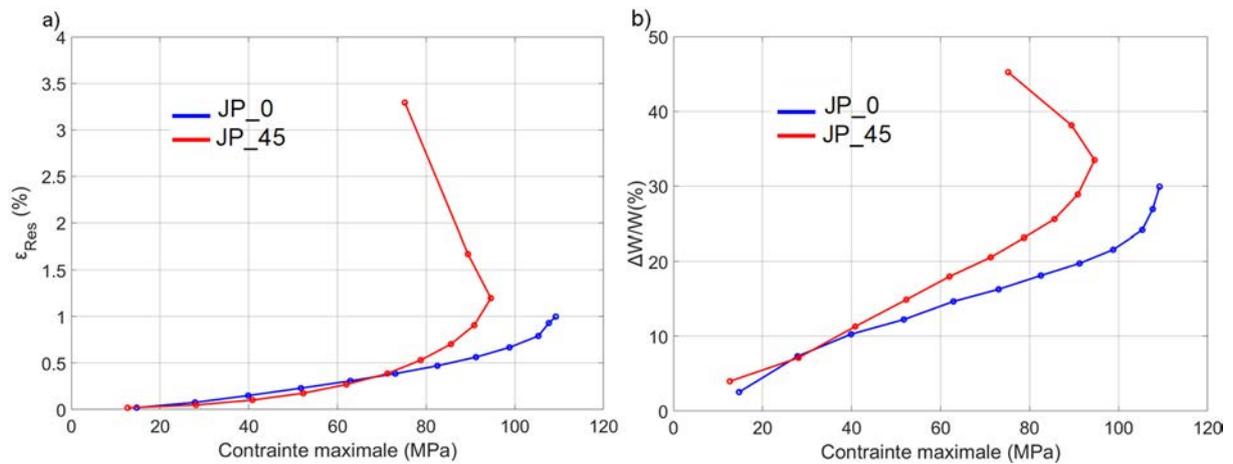


Figure III.23. Evolution de la déformation résiduelle (a) et du frottement interne (b) en fonction de la contrainte maximale appliquée pour les essais de compression cyclée.

### I.3.4. Activité acoustique lors des essais de compression cyclée

Dans cette partie, seuls les résultats des analyses de l'activité acoustique des essais de compression cyclée effectués sur le composite JP\_0 sont présentés. L'évolution de l'activité acoustique en fonction du temps superposée avec la courbe de chargement est représentée sur la figure III.24

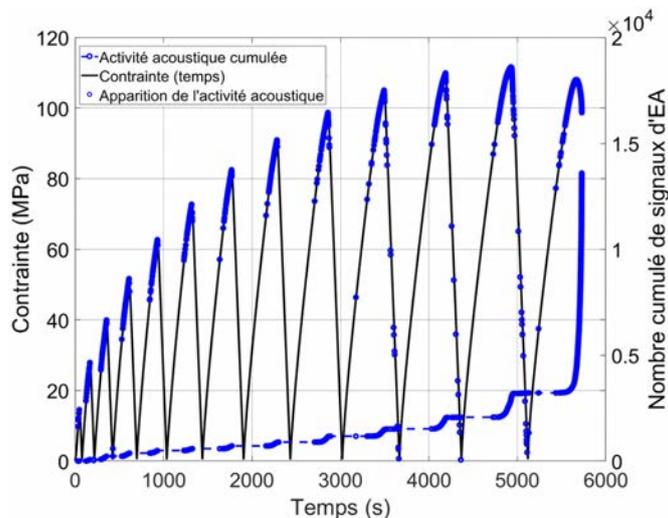


Figure III.24. Evolution de la contrainte et du nombre cumulé de signaux d'EA en fonction du temps lors de l'essai de compression cyclée sur le JP\_0.

L'activité acoustique commence à apparaître d'une manière significative au cours du deuxième cycle (après le franchissement de la limite élastique). La majorité des sources se manifestent en haut des cycles durant la phase de chargement. Des signaux en phase de décharge commencent à apparaître à partir du dixième cycle correspondant à une contrainte maximale de 103 MPa. Ces derniers sont même enregistrés en bas du cycle témoignant de l'apparition de phénomènes de frottements liés au développement du délaminage entre les plis. On note que la proportion de ces signaux est très faible.

Le nombre de sources cumulées indique que la majorité des signaux d'EA est enregistrée vers la fin de l'essai, lorsque la déformation est supérieure à celle atteinte à la contrainte maximale (112 MPa).

Le rapport Felicity a été calculé pour ces essais. Le résultat est présenté dans la figure III.25. L'effet Felicity apparaît dès le deuxième cycle. Il évolue peu au cours des cycles avant de chuter rapidement vers la fin de l'essai. L'évolution du RF est corrélée avec celle du module élastique sécant.

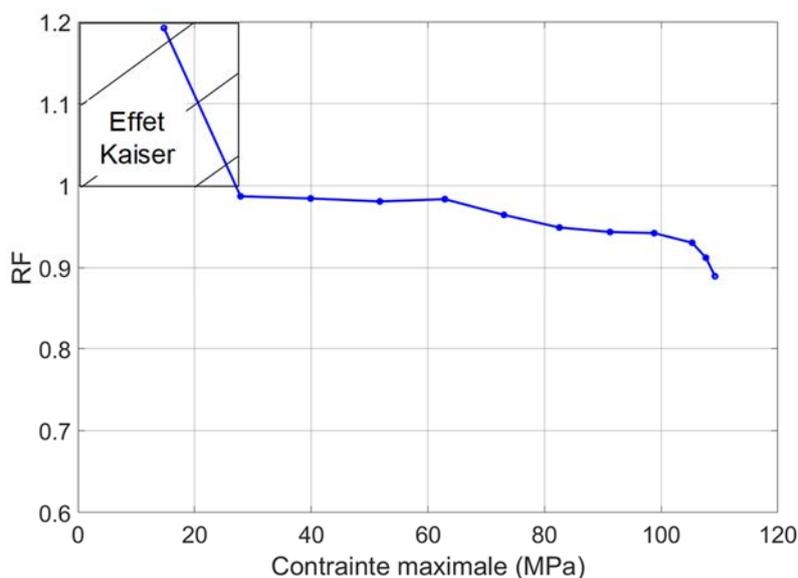


Figure III.25. Evolution du rapport Felicity en fonction de la contrainte maximale appliquée pour le composite JP\_0.

L'évolution de la sévérité des signaux d'EA en fonction du temps est présentée sur la figure III.26. Tous les signaux de grande sévérité apparaissent au maximum des cycles charge-décharge, la première source énergétique est détectée au cours du cinquième cycle mais leur activité ne devient importante qu'à partir du dixième cycle. Au-delà de ce dernier, une accélération de l'évolution des différents paramètres mécaniques est également observée.

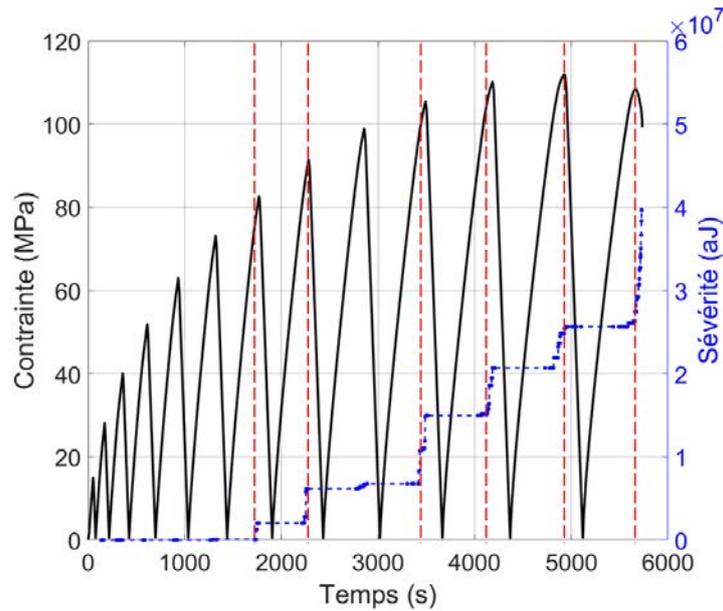


Figure III.26. Evolution de la sévérité en fonction du temps lors pour d'un essai de compression cyclée pour le JP\_0.

Afin de comparer l'évolution des paramètres mécaniques et celle des paramètres d'EA, l'évolution de la proportion de l'activité et de l'énergie acoustiques sont comparées avec l'évolution des paramètres mécaniques en fonction de la contrainte maximale appliquée. Le résultat est présenté sur la figure III.27.

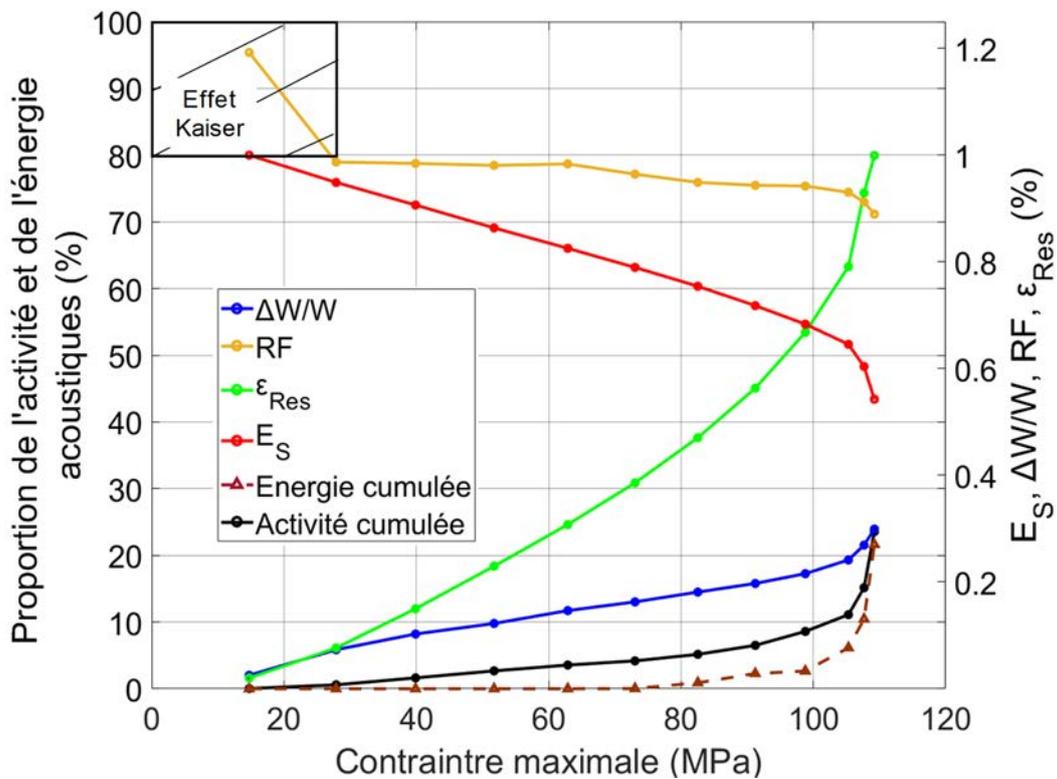


Figure III.27. Comparaison de l'évolution des paramètres mécaniques avec celle des paramètres acoustiques en fonction de la contrainte maximale pour le composite JP\_0.

Une bonne corrélation entre l'évolution des paramètres mécaniques et acoustiques est observée. Durant les dix premiers cycles, correspondant à une contrainte de chargement allant

jusqu'à 107 MPa, peu d'activité acoustique est enregistrée (avec une proportion de signaux d'environ 12%). L'énergie acoustique libérée à ce niveau de chargement correspond à 5% de l'énergie totale. Cependant, le module élastique sécant présente une diminution très importante durant ces cycles (sa valeur passe de 1 à 0,64) accompagnée d'une augmentation importante de la déformation résiduelle et du frottement interne. Cela peut être expliqué par l'apparition d'endommagements peu nombreux et peu énergétiques mais qui ont une influence importante sur le comportement mécanique et/ou par le développement de phénomènes physiques dissipatifs mais pas suffisamment émissifs pour être détectés tels que le flambage des fibres.

Au-delà du dixième cycle, en se rapprochant de la contrainte maximale, une accélération rapide de l'évolution de tous les paramètres mécaniques et acoustiques corrélés avec l'apparition du délaminage est constatée.

#### **I.4. Bilan de l'étude des propriétés mécaniques**

La caractérisation des constituants (matrice, fil et tissu de jute) et du composite (pour les deux orientations) en traction monotone met en évidence une très faible dispersion du comportement mécanique des composites par rapport à celui des constituants. Pour les composites JP\_0, le module de Young est deux fois supérieur à celui de la matrice polyester, indiquant le rôle important des renforts.

Les essais de traction et de compression cyclées suivis par EA ont permis de caractériser l'évolution de l'endommagement. Une bonne corrélation entre l'évolution des paramètres mécaniques et celle des paramètres acoustiques est constatée pour les deux orientations et pour les deux types de sollicitations.

L'endommagement du composite JP\_0 sollicité en traction se développe en trois phases ; une première phase correspondant à une contrainte appliquée en dessous de la limite d'élasticité (13 MPa), est caractérisée par une quasi-absence de l'endommagement. La seconde phase pour laquelle une légère évolution des paramètres mécaniques est observée, accompagnée par l'apparition de l'activité acoustique, est associée au début du développement de l'endommagement de l'éprouvette. Lors de la phase III, correspondant à une contrainte au-delà de 28 MPa, une accélération significative de l'évolution des paramètres mécaniques et de l'activité acoustique ainsi que l'apparition de signaux très énergétiques sont constatées. Cette phase est associée au développement important de l'endommagement et à l'apparition de mécanismes d'endommagement sévères conduisant à la ruine totale de l'éprouvette. Pour les composites JP\_45, l'endommagement évolue de manière plus progressive, jusqu'à la fin de l'essai où les signaux énergétiques apparaissent, conduisant à la ruine totale de l'éprouvette.

Pour les essais de compression monotone, les composites présentent un comportement mécanique similaire et des valeurs de propriétés mécaniques plus élevées qu'en traction monotone. Cela est principalement lié à la résistance élevée de la matrice polyester. En effet, sollicitée en compression, la matrice polyester est moins sensible à la présence des défauts.

L'activité acoustique globale des composites lors de la compression indique que la plus grande partie de l'endommagement se développe à la fin de l'essai et après l'apparition du délaminage. Cependant, au cours de la compression cyclée, les paramètres mécaniques évoluent de manière importante en raison probablement de phénomènes physiques peu émissifs tel que le flambage des fibres.

## II. Analyses de l'endommagement après rupture

### II.1. Analyse de l'endommagement en traction monotone

#### II.1.1. Faciès de rupture des éprouvettes

L'étude des faciès de rupture des éprouvettes sollicitées en traction monotone permet de constater que ces dernières ont rompu dans la partie utile pour les deux orientations (figure III.28).

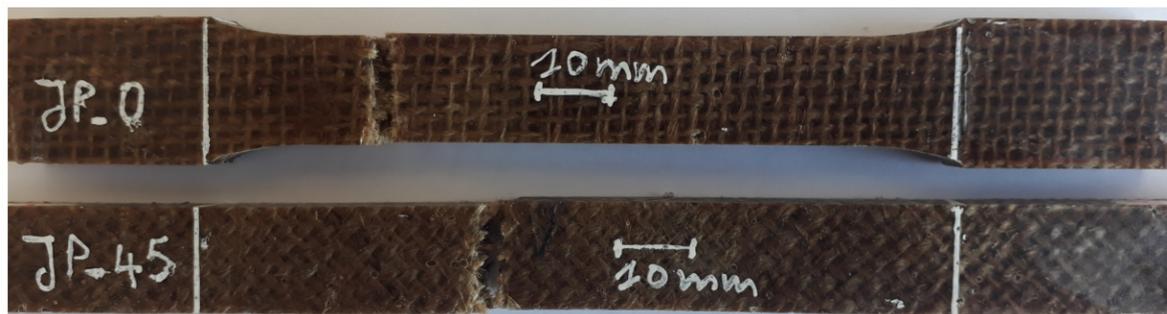


Figure III.28. Rupture des éprouvettes du composite jute/polyester sollicité en traction monotone.

Pour les deux orientations, la rupture est fragile et les fils ont rompu quasiment dans le plan de la fissuration matricielle, perpendiculairement à l'axe de traction.

Visiblement, aucun délaminage n'est observé pour les deux orientations. En revanche, un déchaussement important des fils de jute est observé sur les surfaces rompues.

#### II.1.2. Identification des mécanismes d'endommagement en traction

Afin d'étudier plus finement les principaux mécanismes d'endommagement survenant dans le matériau composite après rupture, les faciès de rupture ont été découpés et analysés à l'aide d'un MEB. De plus, des sections latérales prélevées dans des éprouvettes rompues (près de la zone de rupture) ont été polies et observées avec un MO et aussi avec le MEB.

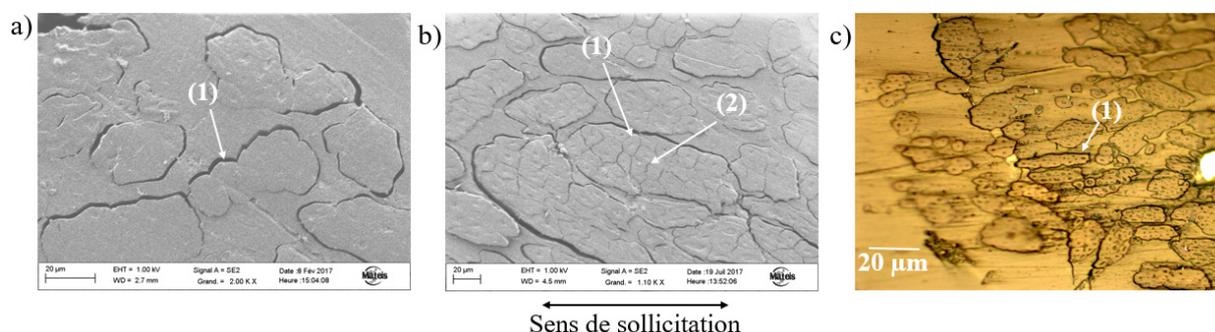
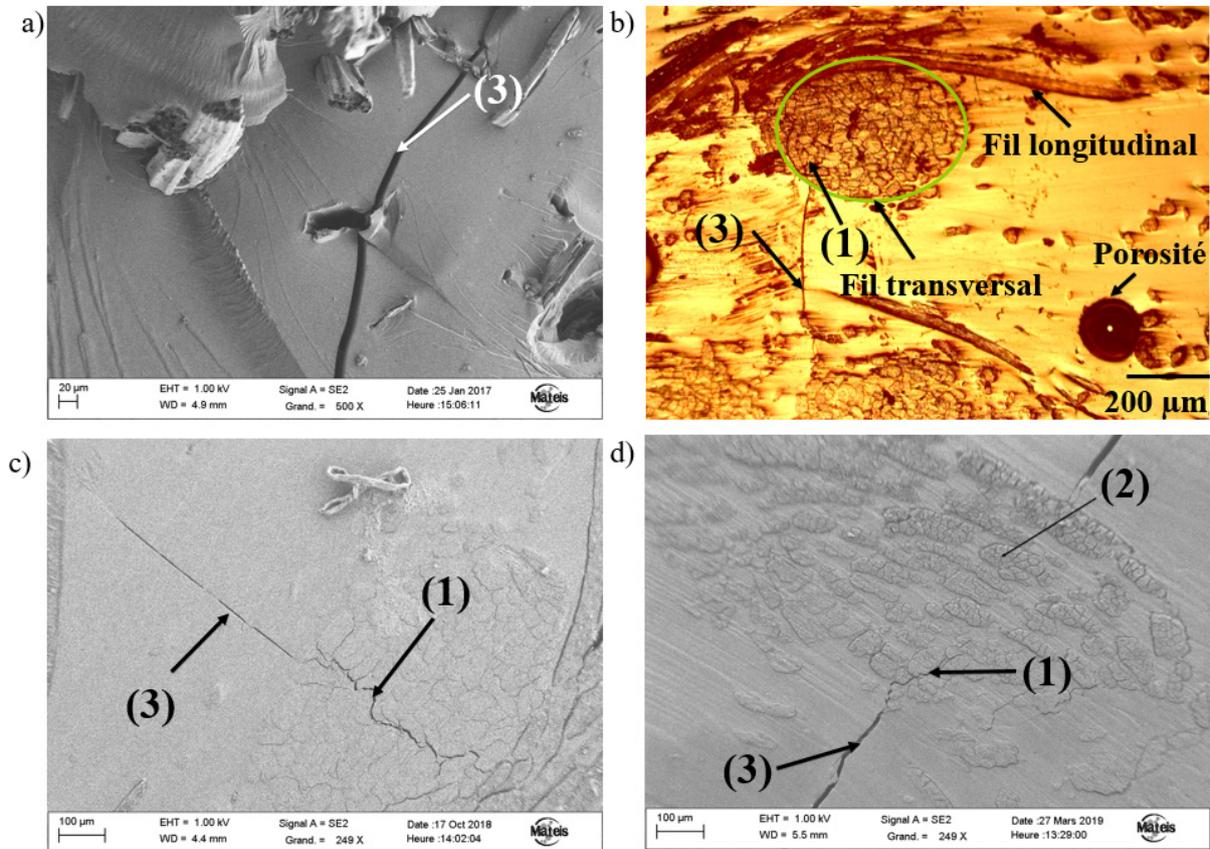


Figure III.29. Observation post-mortem de l'endommagement sur les sections latérales de type décohéation fibre/matrice. a) JP\_0 (MEB) ; b) JP\_45 (MEB), c) JP\_0 (MO) ; (1) décohéation faisceau de fibres/matrice ; (2) décohéation des fibres élémentaires.

Les micrographies des éprouvettes observées indiquent la présence de nombreuses décohéations fibre/matrice (figure III.29) représentant le mécanisme prépondérant pour les deux types de composites. Ces décohéations sont observées soit entre les faisceaux de fibres et la

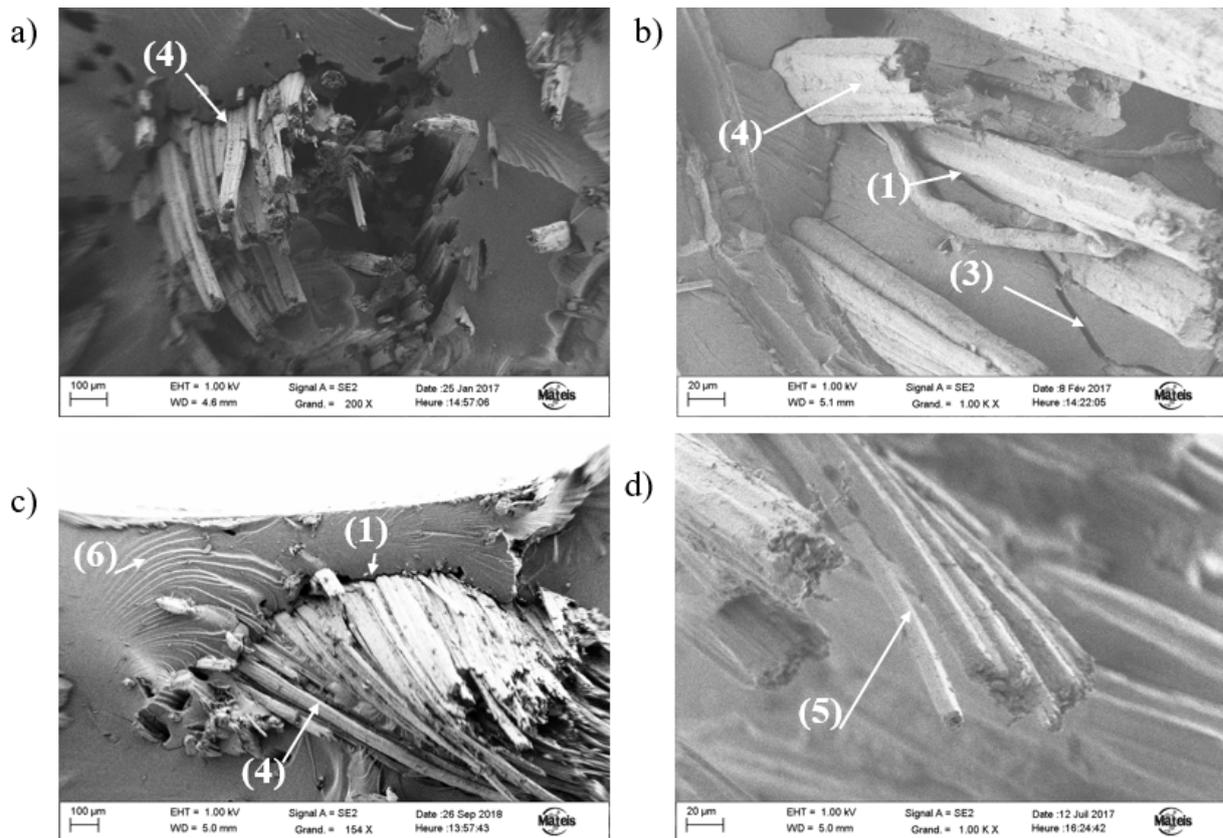
matrice (label 1) soit entre les fibres élémentaires à l'intérieur d'un faisceau de fibres (label 2). Ce dernier phénomène est consécutif à la rupture de la lamelle moyenne qui maintient les fibres élémentaires entre elles. Il est plus marqué pour les composites JP\_45.



**Figure III.30. Observation post-mortem de l'endommagement. a) JP\_0 (MEB) ; b) JP\_0 (MO) ; c) JP\_0 (MEB), d) JP\_45 (MEB) ; (1) décohésion faisceaux de fibres/matrice ; (2) décohésion fibres élémentaires ; (3) fissuration matricielle.**

Dans la zone riche en matrice (figure III.30), quelques fissures matricielles peuvent être observées. Pour les deux orientations, les fissures matricielles apparaissent perpendiculairement au sens de chargement (label 3). Pour les composites JP\_0, certaines de ces fissures matricielles semblent s'amorcer à l'intérieur du fil transverse avant de se propager à travers la zone riche en matrice (figure III.30.b et figure III.30.c) pour aller rejoindre les décohésions développées au sein du fil voisin. Pour les composite JP\_45, les décohésions fibre/matrice entraînent pas de fissuration à l'intérieur du fil.

Malgré la présence de quelques porosités dans la zone riche en matrice, on peut voir que ces dernières ne semblent pas être à l'origine de l'amorçage des fissures (figure III.30.b).



**Figure III.31. Observations au MEB des faciès de rupture ; JP\_0 (a et b), JP\_45 (c et d) ; (1) décohésion faisceau de fibres/matrice ; (3) fissuration matricielle ; (4) rupture et déchaussement des fibres ; (5) separation longitudinale des fibres ; (6) rupture fragile de la matrice.**

L'observation au MEB des faciès de rupture (figure III.31) indique que les fils de jute rompus présentent un déchaussement important (label 4). La longueur de déchaussement des fils est plus importante pour les composites JP\_45 (figure III.31.c). La figure III.31.b, présente une vue plus détaillée de l'extrémité d'un faisceau fibres déchaussées. On constate que les surfaces des fibres ne présentent aucun résidu de la matrice. Ce dernier phénomène indique que la liaison fibre/matrice est relativement faible pour ces composites.

Pour les composites JP\_45, des séparations longitudinales des fibres élémentaires de jute (label 5) sont également observées sur les faciès de rupture (figure III.31.d). Ce phénomène est probablement lié au fait que les fibres subissent plus d'effort de cisaillement pour cette orientation. Cela explique aussi les déchaussements plus importants.

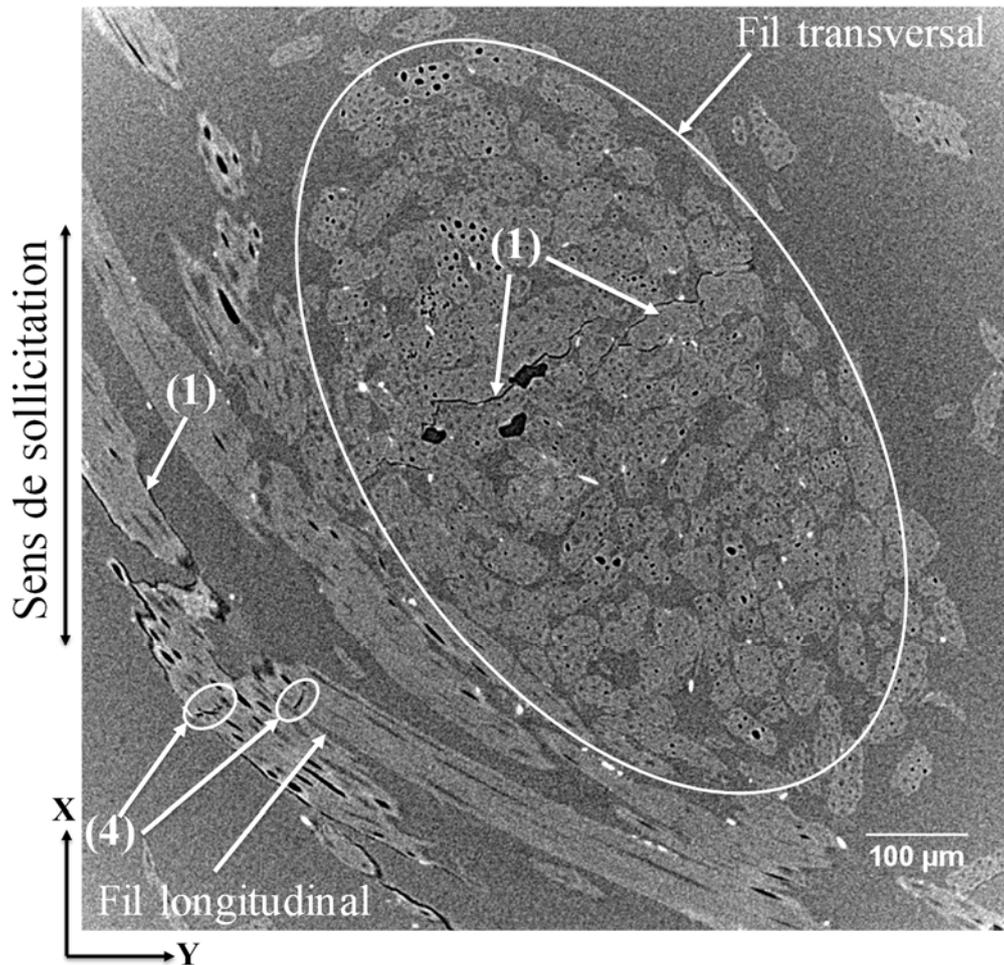
Par ailleurs, la figure III.31.c indique que la surface de rupture de la matrice sur les plans perpendiculaires aux fibres présente des aspérités (label 6), témoignant d'une rupture fragile de la matrice.

### II.1.3. Caractérisation des endommagements en traction par $\mu$ -tomographie RX

Afin de visualiser les endommagements dans le volume, des observations par  $\mu$ -tomographie RX ont été effectuées avec une résolution de 10  $\mu\text{m}$  sur des échantillons prélevés dans des éprouvettes rompues. Pour chaque type de composite, deux échantillons de même

taille ont été prélevés dans deux éprouvettes différentes. Tous les échantillons ont été découpés près de la zone de rupture. De plus, pour détecter les décohésions fibre/matrice, un petit échantillon d'environ  $1,5 \times 1,5 \times 1,5 \text{ mm}^3$  de dimension prélevé du composite JP\_0 a été observé avec une résolution de  $0,7 \mu\text{m}$ .

Les figures III.32, II.33 et III.34 présentent un exemple d'images obtenues avec cette technique sur le petit échantillon du composite JP\_0. Les trois figures représentent respectivement une vue de face (plan X, Y), une vue de dessus (plan Z, Y) et une vue de latérale (plan X, Z) de l'échantillon. L'axe X correspond au sens de chargement.



**Figure III.32.** Micrographie obtenue par  $\mu$ -tomographie RX d'un échantillon d'une éprouvette JP\_0 après rupture en traction monotone ( $0,7 \mu\text{m}/\text{pixel}$ ). Vue dans le plan (X, Y). (1) décohésion faisceaux de fibres/matrice ; (4) rupture de fibres.

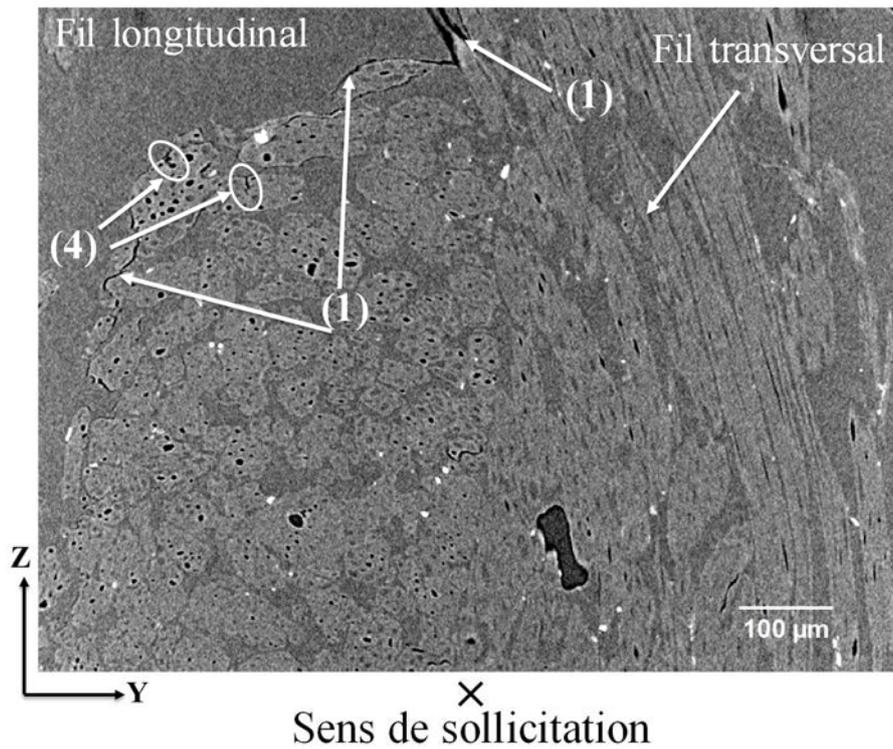


Figure III.33. Micrographie obtenue par  $\mu$ -tomographie RX d'un échantillon d'une éprouvette JP\_0 après rupture en traction monotone ( $0,7 \mu\text{m}/\text{pixel}$ ). Vue dans le plan (Y, Z) ; (1) décohésion faisceau de fibres/matrice ; (4) rupture de fibres.

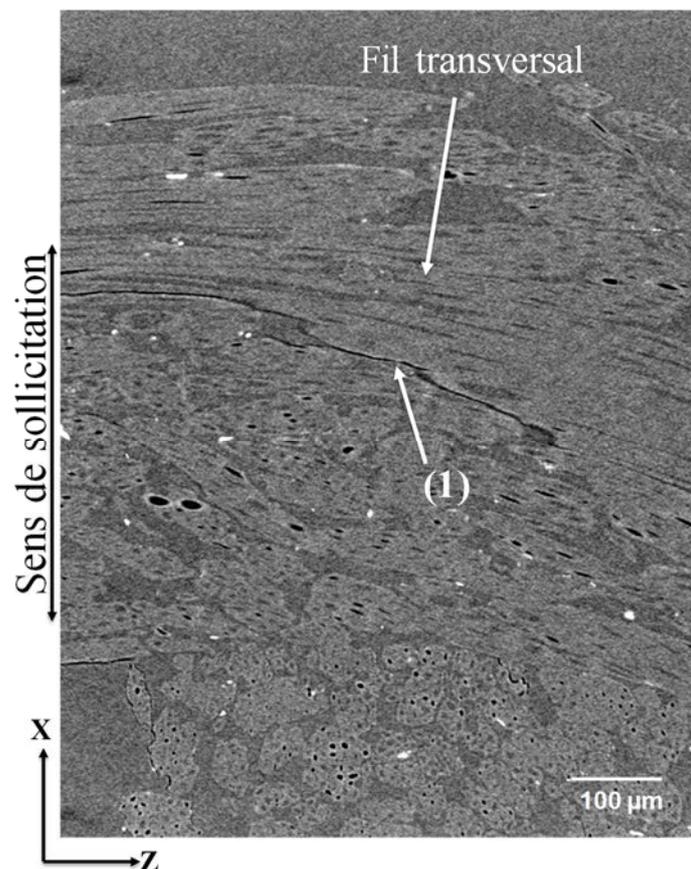
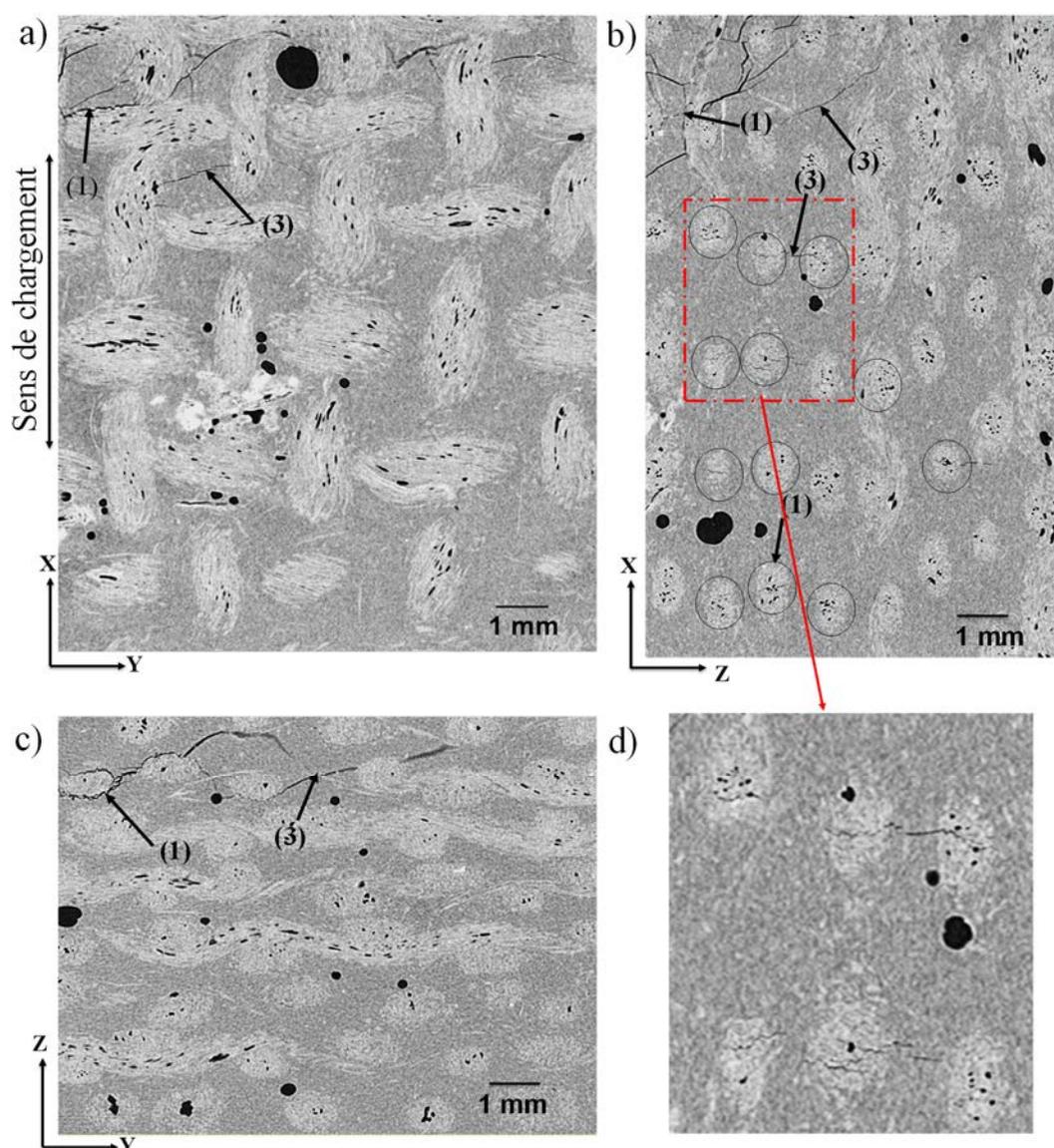


Figure III.34. Micrographie obtenue par  $\mu$ -tomographie RX d'un échantillon d'une éprouvette JP\_0 après rupture en traction monotone ( $0,7 \mu\text{m}/\text{pixel}$ ). Vue dans le plan (X, Z) ; (1) décohésion faisceau de fibres/matrice.

La figure III.32 met en évidence la présence de multiples décohésions faisceaux de fibres/matrice au sein du fil transversal (label 1) en cohérence avec les observations au MEB. On remarque que ces décohésions se propagent perpendiculairement au sens de sollicitation de l'éprouvette traversant tout le fil. La vue dans le plan (X, Z) de l'échantillon (figure III.33) indique que ces décohésions sont présentes sur tout le long du fil transversal, constituant ainsi des fissurations à l'intérieur de celui-ci.

Des ruptures de fibres ainsi que des décohésions des fibres longitudinales (label 4 et label 1) sont également observées sur les images (figure III.32 et figure III.33). Les décohésions des fibres longitudinales se situent principalement autour du fil de jute. Peu de décohésions sont observées à l'intérieur de ce dernier (figure III.33).

La figure III. 35 montre un exemple de  $\mu$ -tomographie X réalisée sur un échantillon de composite JP\_0 avec une résolution de 10  $\mu\text{m}$ .

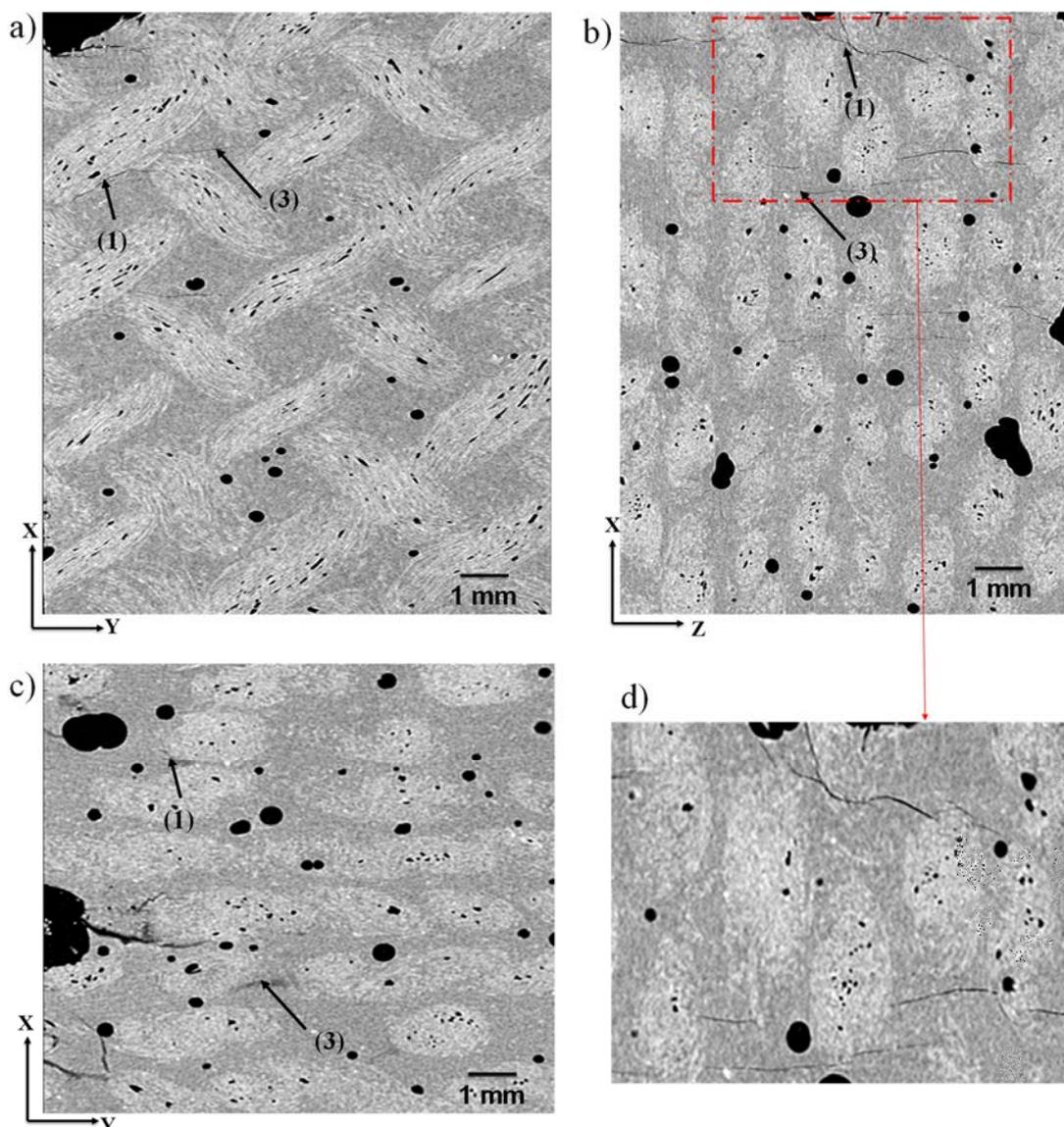


**Figure III.35. Micrographie obtenue par  $\mu$ -tomographie RX d'un échantillon d'une éprouvette JP\_0 après rupture en traction monotone (10  $\mu\text{m}/\text{pixel}$ ). a) vue dans le plan (X, Y) ; b) vue dans le plan (X, Z), c) vue dans le plan (Y, Z) ; d) zoom de la partie encadrée ; (1) décohésion faisceau de fibres/matrice (3) fissures matricielles.**

L'échantillon présente de multiples décohésions fibre/matrice au sein des fils transversaux (label 1) ce qui confirme les résultats obtenus précédemment (figure III.32). Peu de fissures matricielles dans la zone riche en matrice (label 3) sont observées. Ces dernières se développent préférentiellement près de la zone de rupture et correspondent bien au prolongement des décohésions fibre/matrice (figure III.35.b et III.35.d).

Lorsqu'on s'éloigne légèrement de la zone de rupture, on constate que les décohésions fibre/matrice au sein des fils transversaux ne semblent pas se propager au-delà du fil dans lequel elles se sont développées.

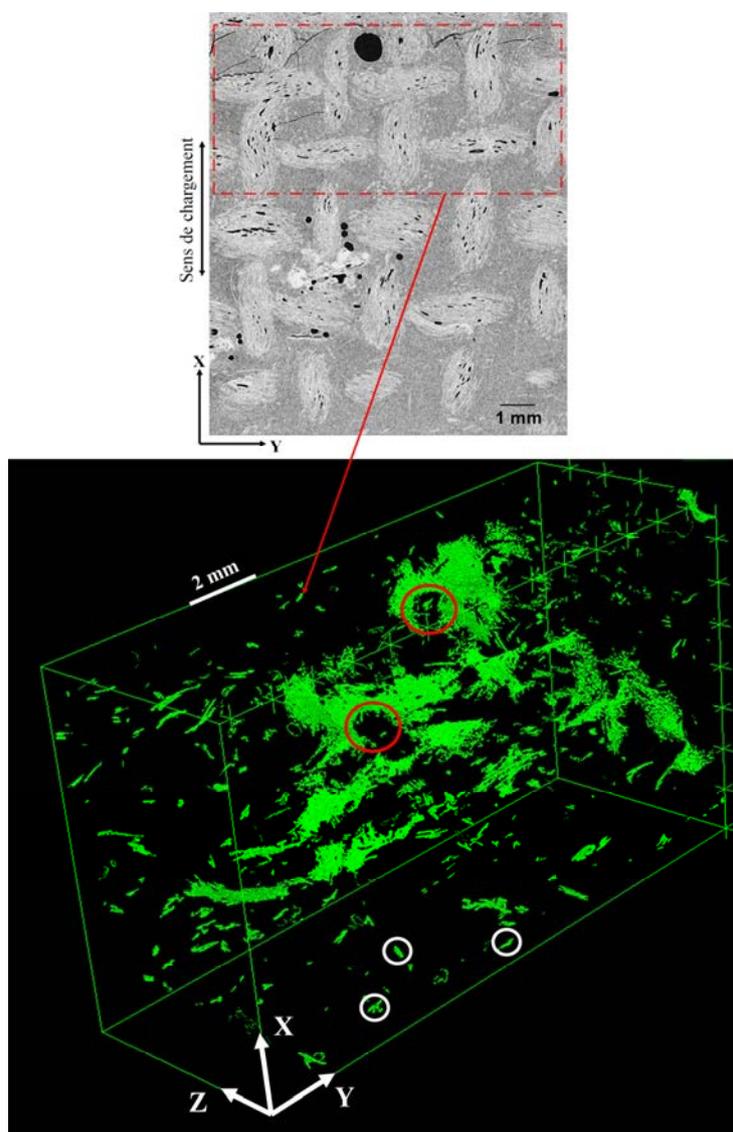
Enfin, la figure III.35.c montre également la présence de quelques décohésions fibre/matrice au sein du fil longitudinal (label 3). On remarque que ces fissures contournent le fil longitudinal et se propagent dans la zone riche en matrice vers le fil voisin.



**Figure III.36.** Micrographie obtenue par  $\mu$ -tomographie RX d'un échantillon d'une éprouvette JP\_45 après rupture en traction monotone ( $10 \mu\text{m}/\text{pixel}$ ). a) a) vue dans le plan (X, Y) ; b) vue dans le plan (X, Z), c) vue dans le plan (Y, Z) ; d) zoom de la partie encadrée ; (1) décohésion faisceau de fibres/matrice ; (3) fissures matricielles.

Les observations d'échantillon de composite JP\_45 illustrées sur la figure III.36 indique la présence de peu de fissurations matricielles (label 3). Cependant, plus de décohésions fil/matrice (label 1) sont observées pour cette orientation et moins de fissures à l'intérieur des fils de jute. En effet, les décohésions développées contournent le fil de jute et se propagent dans la zone riche en matrice (figure III.36.d). Ce résultat confirme celui obtenu avec les observations au MEB (figure III.30.d).

Afin de visualiser les réseaux de fissures matricielles dans le volume, le protocole d'analyse d'images décrit dans la section I.5.3-Chapitre II a été appliqué sur la partie la plus proche de la zone de rupture de l'échantillon du composite JP\_0. Le résultat est présenté sur la figure III.37 (le rectangle rouge montre la zone analysée).



*Figure III.37. Visualisation dans le volume des réseaux de fissures matricielles d'un échantillon de composite JP\_0.*

La reconstruction 3D des réseaux de fissures met en évidence la présence d'une faible densité de fissures matricielles. Ces dernières forment des plans perpendiculaires au sens de sollicitation. Des empreintes de fils longitudinaux sont également observées sur la reconstruction 3D (entourées en rouge) indiquant la décohésion complète du fil de la matrice.

Par ailleurs, des résidus de porosités intrafil (entourés en blanc) sont constatés dans le volume. Ces derniers résultent des paramètres du filtrage effectué pour isoler les fissures. Cependant, il a été vérifié que leur volume influence peu le calcul des densités de fissures matricielles.

## II.2. Analyse de l'endommagement en compression

### II.2.1. Faciès de rupture des éprouvettes

La figure III.38 présente des photos d'éprouvettes rompues en compression monotone pour les deux types de composite JP\_0 et JP\_45.

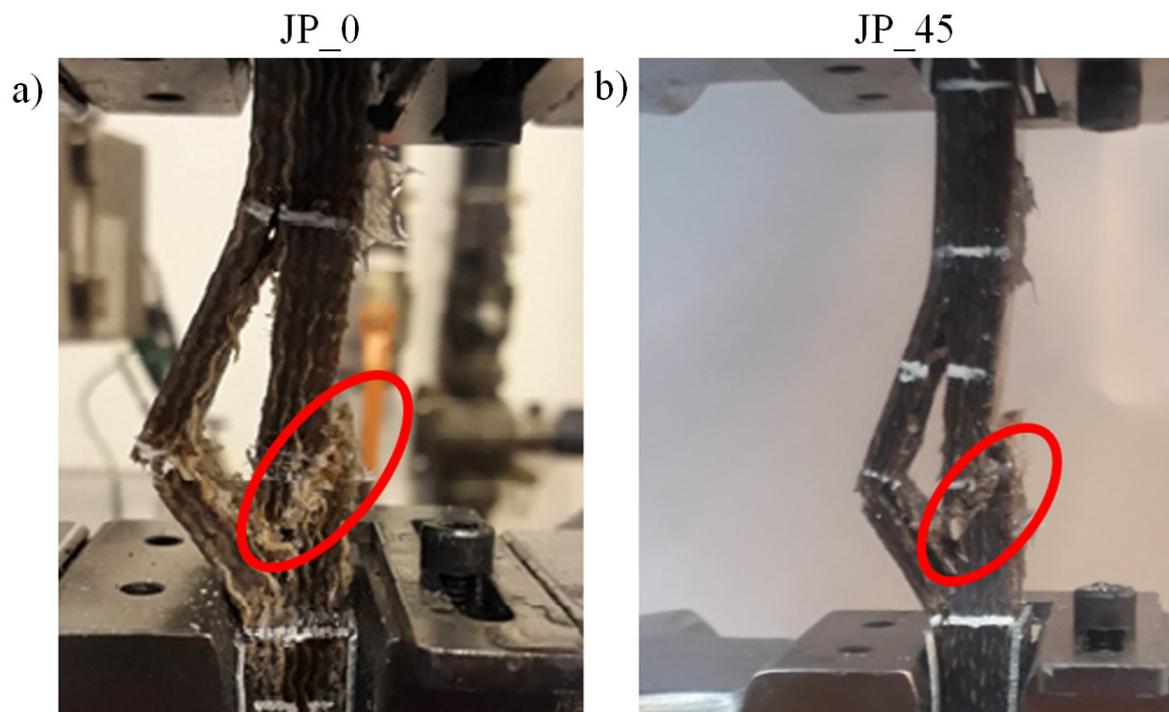


Figure III.38. Photo des éprouvettes du composite jute/polyester rompues en compression monotone. a) JP\_0 ; b) JP\_45.

Les deux orientations présentent un mode de rupture identique. On constate un délaminage important des plis et une rupture des éprouvettes à 45° par rapport au sens de sollicitation. Cela indique que les composites sont soumis à un cisaillement important durant la compression.

### II.2.2. Observation des endommagements par MEB

Des observations au MEB ont été effectuées sur des échantillons polis prélevés dans des composites rompus. Les résultats sont montrés ci-dessous :

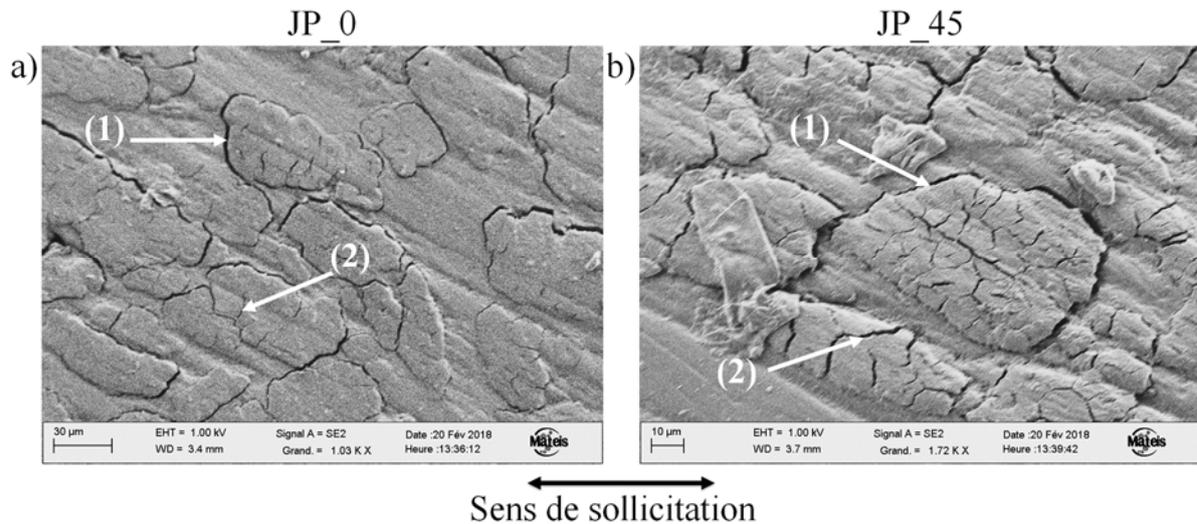
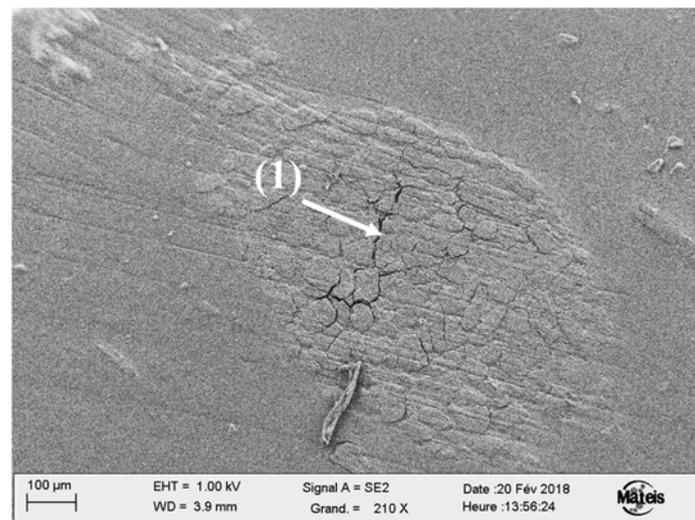


Figure III.39. Observations des sections polies parallèles au sens de sollicitation. a) JP\_0 ; b) JP\_45. (1) décohésion faisceau de fibres/matrice ; (2) décohésion des fibres élémentaires.

Les images mettent en évidence la présence de multiples décohésions fibre/matrice (label 1 et label 2), plus marquées pour le composite JP\_45 (figure III.39). Pour les JP\_0, peu de fissurations à l'intérieur des fils transversaux sont constatées contrairement à ce qui a été observé en traction monotone. Cependant, l'observation des sections perpendiculaires au sens de sollicitation de l'échantillon du composite JP\_0 (figure III.40) indique la présence de fissurations à l'intérieur des fils longitudinaux suite au développement des décohésions fibre/matrice au sein de ce dernier (label 1), phénomène qui n'a pas été observé en traction monotone et qui pourrait être consécutif au flambage des fibres.

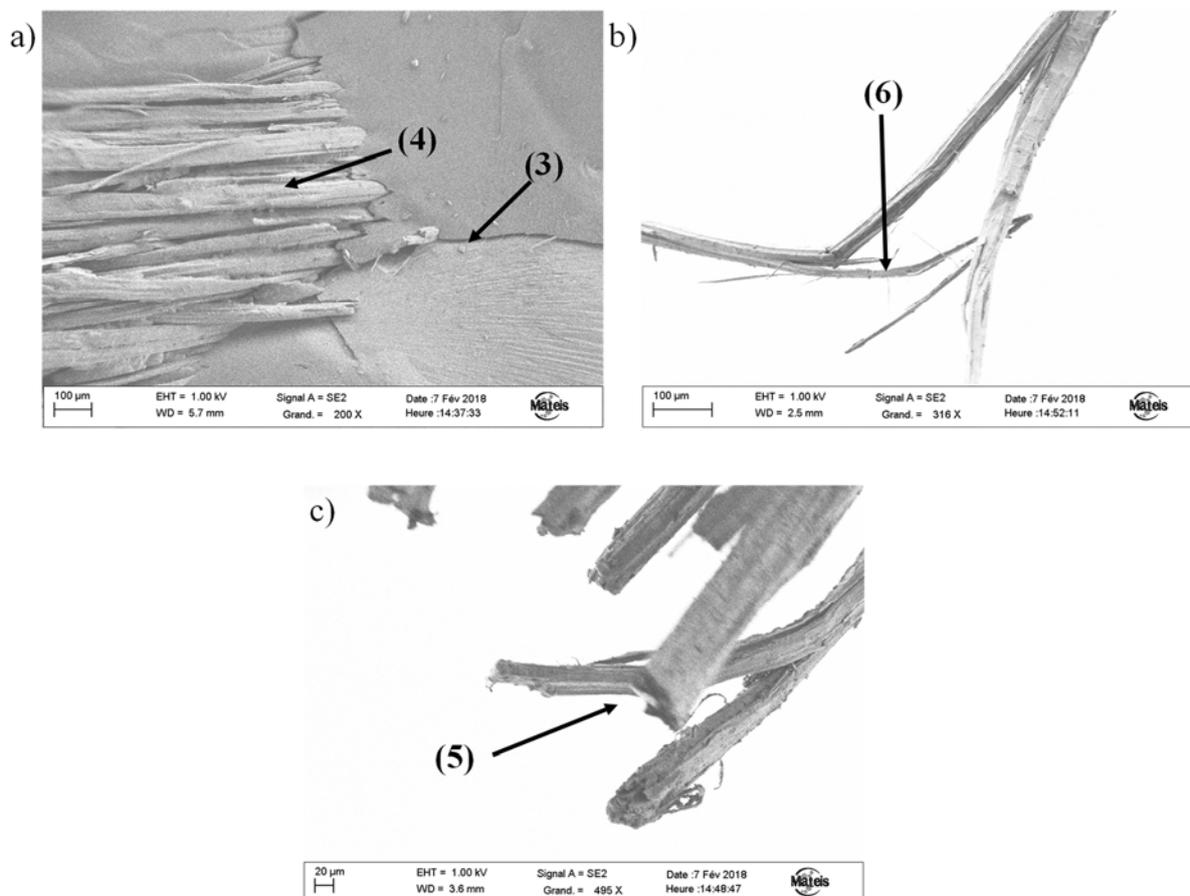


×  
Sens de sollicitation

Figure III.40. Observation d'une section polie perpendiculaire au sens de chargement pour un échantillon du composite JP\_0. (1) : décohésion faisceau de fibres/matrice.

L'observation des faciès de rupture en compression (figure III.41) met en évidence un déchaussement important de fibres rompues (label 4) et la présence de quelques fissures matricielles (label 3). Des endommagements au niveau des faisceaux de fibres déchaussées sont également observés sur les faciès de rupture. Certaines sont en effet déchirées (figure III.41.b,

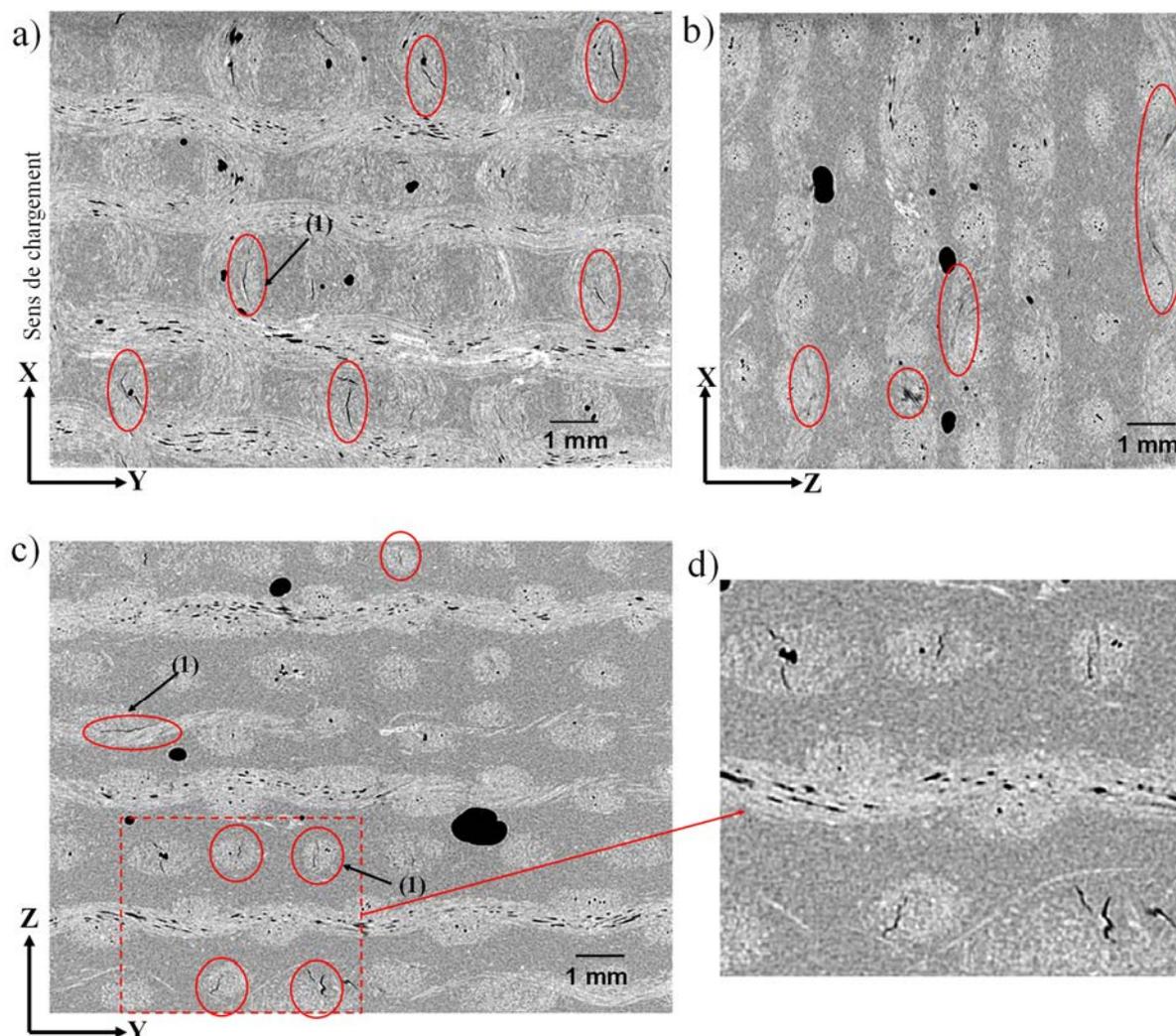
label 3), d'autres présentent des séparations longitudinales des fibres élémentaires (figure III.41.c, label 4).



**Figure III.41. Observations des faciès de rupture en compression pour le composite JP\_0. (3) fissuration matricielle ; (4) rupture et déchaussement des fibres ; (5) séparation longitudinale d'une fibre ; (6) fibres déchirées.**

### II.2.3. Observation des endommagements en compression par $\mu$ -tomographie RX

Des échantillons d'éprouvettes rompues en compression ont été prélevés près de la zone de rupture et scannés avec une résolution de  $10\ \mu\text{m}$  pour les deux types de composites. Les résultats sont présentés ci-dessous (figure III.42 et III.43).



**Figure III.42.** Micrographie obtenue par  $\mu$ -tomographie RX d'un échantillon d'une éprouvette JP\_0 après rupture en compression monotone ( $10\ \mu\text{m}/\text{pixel}$ ). a) vue dans le plan (X, Y), b) vue dans le plan (X, Z), c) vue dans le plan (Y, Z) et d) zoom de la partie encadrée. (1) décohésion faisceau de fibres/matrice.

Les observations au  $\mu$ -tomographe réalisées sur un échantillon du composite JP\_0 montrent la présence de multiples fissurations à l'intérieur des fils longitudinaux (figure III.42.c, label 1). Ces fissurations sont développées sur des longueurs importantes des fils (figure III.42.a) et ne semblent pas se propager vers les zones riches en matrice. Elles résultent du développement par coalescence des décohésions fibre/matrice au sein des fils longitudinaux et peuvent être liées à un effet Poisson et/ou au flambage des fils.

La figure III.43 illustre un exemple d'images obtenues sur un échantillon du composite JP\_45. L'échantillon présente de multiples décohésions fil/matrice (label 1). Mais, contrairement à ce qui a été observé pour les composites JP\_0, ces décohésions ne traversent

pas le fil. Elles se développent autour de celui-ci et puis se propagent dans la zone riche en matrice (figure III.43.c).

Les fissures dans la zone riche en matrice sont observées uniquement près de la zone de rupture (sur les faciès de rupture). Cela montre que ces dernières se sont probablement développées au moment de la rupture macroscopique de l'éprouvette.

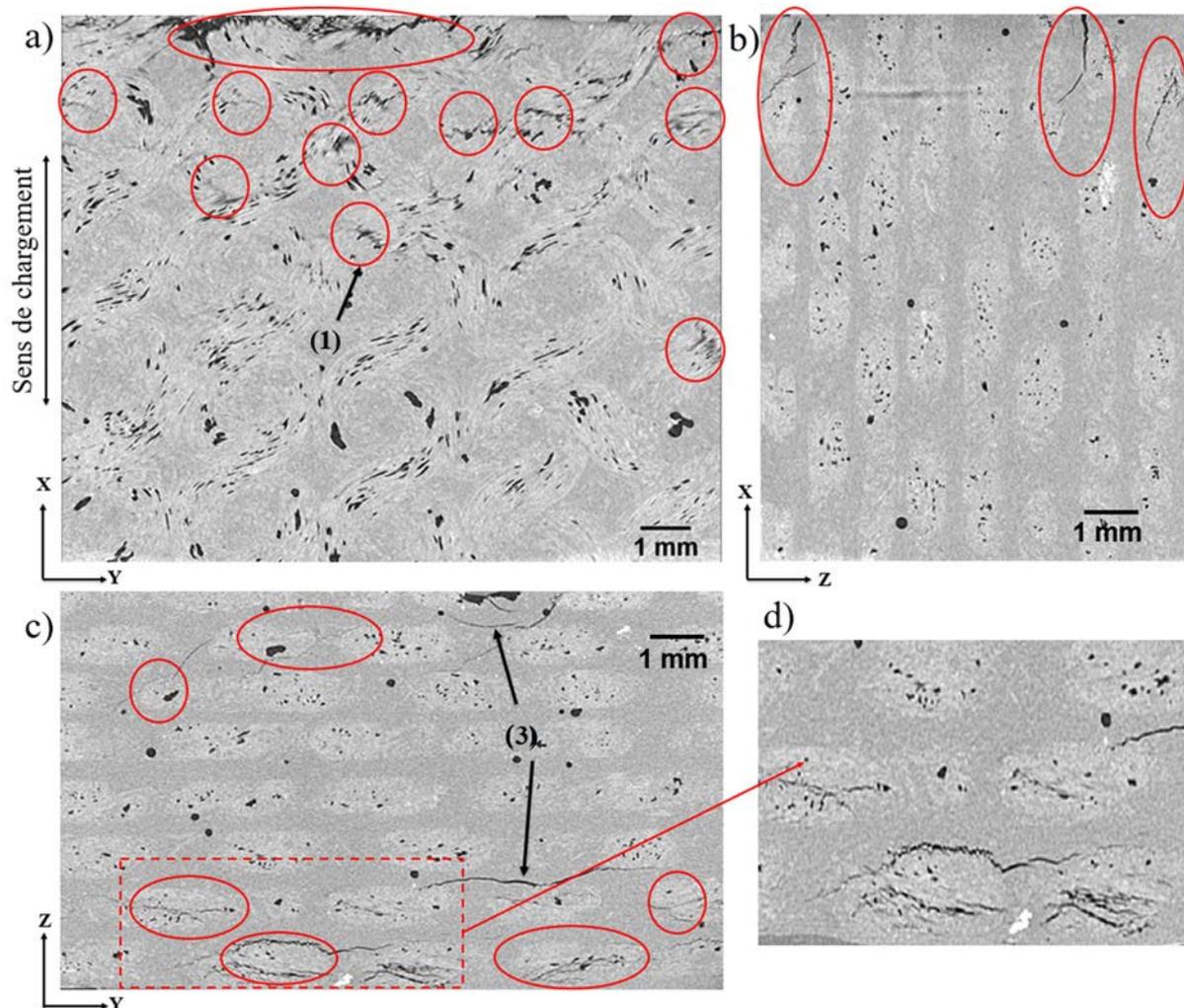


Figure III.43. Micrographie obtenue par  $\mu$ -tomographie RX d'un échantillon d'une éprouvette JP\_45 après rupture en compression monotone (10  $\mu\text{m}/\text{pixel}$ ). a) vue dans le plan (X, Y), b) vue dans le plan (X, Z), c) vue dans le plan (Y, Z) et d) zoom de la partie encadrée. (1) décohésion faisceau de fibres/matrice ; (3) fissures matricielles

### II.3. Bilan de l'analyse de l'endommagement après rupture

Cette partie a permis d'identifier les principaux mécanismes d'endommagement des éprouvettes rompues sollicitées en traction et compression monotones.

Trois modes d'endommagement sont observés pour les essais de traction monotone :

- Les décohésions fibre/matrice représentant le mécanisme prépondérant pour les deux orientations. Pour les composites JP\_0, elles se développent majoritairement au sein des fils transversaux et se propagent par coalescence, formant une fissure traversant ce dernier. Les décohésions des fibres longitudinales se développent principalement autour des fils. Pour les

composites JP\_45, les décohésions fibre/matrice sont plus marquées. Elles ne forment pas de fissures à l'intérieur des fils. Des décohésions des fibres élémentaires au sein des faisceaux de fibres sont également observées pour cette orientation.

- Les microfissurations matricielles, peu nombreuses, observées principalement vers la zone de rupture. Elles semblent être amorcées à partir des décohésions fibres/matrice développées au sein des fils transversaux pour les composites JP\_0.

- Les ruptures et déchaussements de fibres. Le déchaussement des fibres est plus important pour les composites JP\_45. Les fibres rompues présentent une surface lisse témoignant d'une faible interface fibre/matrice.

Pour les essais de compression, le délaminage (plus marqué pour les composites JP\_45) est observé en plus des trois modes d'endommagement observés en traction. On note cependant des différences concernant les décohésions fibre/matrice, elles se sont plus développées au sein des fils longitudinaux formant des fissures au sein de ces derniers, probablement consécutives au flambage et/ou à l'effet de Poisson des fils.

Par ailleurs, moins de fissures à l'intérieur des fils transversaux ont été détectées pour les éprouvettes du composite JP\_0 sollicitées en compression. En effet, les fissures perpendiculaires au sens de sollicitation se referment en compression.

### III. Corrélation d'images en traction monotone

#### III.1. Validation de la procédure expérimentale

Afin de valider le mouchetis ainsi que les paramètres de corrélation d'images, des essais de traction ont été effectués en utilisant l'extensomètre et la caméra de corrélation d'images. Une jauge virtuelle recouvrant une zone d'environ  $20 \times 14 \text{ mm}^2$  placée au centre de la partie calibrée de l'éprouvette a servi à mesurer les valeurs de déformation par corrélation d'images.

Etant donné que les images sont prises à des instants connus de l'essai, chaque image et donc chaque déformation moyenne est associée au niveau de contrainte correspondant. Ceci permet de tracer des courbes de comportement en traction à partir des déformations mesurées par corrélation d'images et de les comparer à celles tracées à partir des déformations mesurées par l'extensomètre (figure III.44).

Pour les deux composites, l'écart entre les deux courbes est très faible. Extensomètre et corrélation d'images donnent des valeurs de déformations très proches.

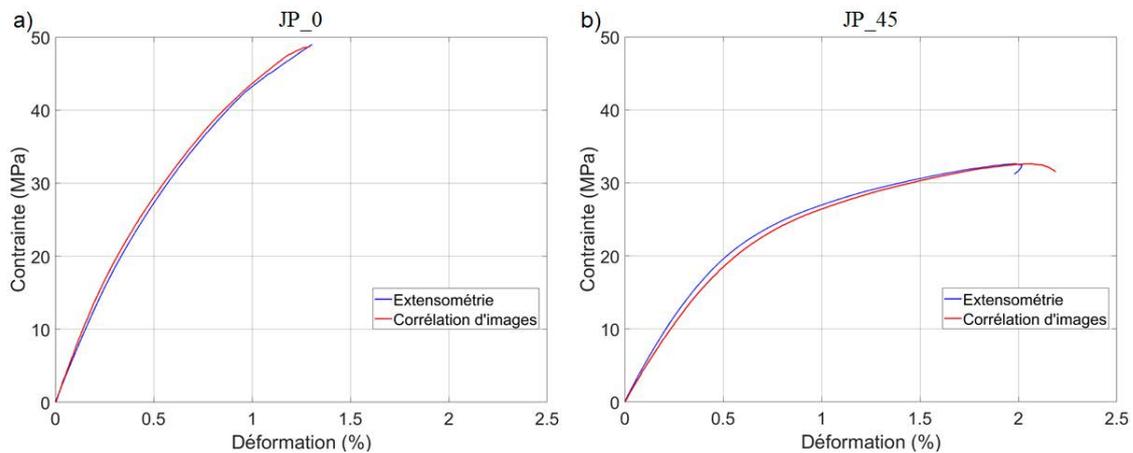


Figure III.44. Comparaison des courbes de traction obtenues avec extensomètre et avec corrélation d'images (VIC-2D). a) JP\_0 ; b) JP\_45.

#### III.2. Cartographies des déformations d'une éprouvette JP\_0

L'intérêt d'utiliser la technique de corrélation d'images est de pouvoir visualiser les champs de déformations plane et surtout de détecter les endommagements à travers les résidus de corrélation d'images. Les figures III.45, III.46 et III.47 présentent respectivement les cartographies des champs de déformations longitudinales ( $\epsilon_{xx}$ ), transverses ( $\epsilon_{yy}$ ) et de cisaillement ( $\epsilon_{xy}$ ) pour différents niveaux de contraintes.

Pour une contrainte appliquée de 10 MPa, correspondant à une contrainte en dessous de la limite d'élasticité du composite, les champs de déformations sont homogènes. Puis, avec l'augmentation de la contrainte de chargement, des hétérogénéités sur les champs de déformations apparaissent. Ces hétérogénéités semblent être corrélées avec le motif du tissu. Des analyses de champs de déformations similaires ont été effectuées par Perrier *et al.* [227] sur un composite tissé chanvre/époxy sollicité en traction monotone. Les auteurs ont mis en évidence un lien entre les hétérogénéités des champs de déformations et le motif du tissu de chanvre.

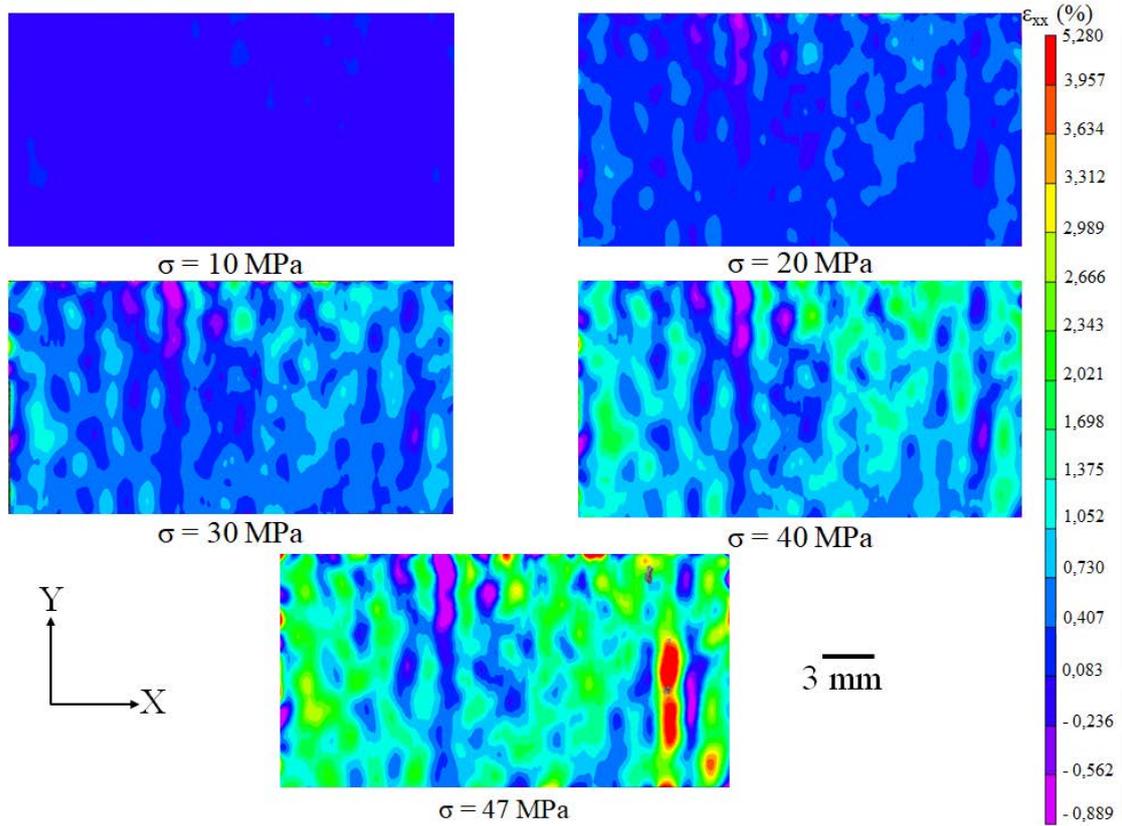


Figure III.45. Cartographies des champs de déformations longitudinales ( $\epsilon_{xx}$ ) mesurées par corrélation d'images (VIC-2D) pour différents niveaux de contraintes ( $JP_0$ ). Sens de sollicitation selon X.

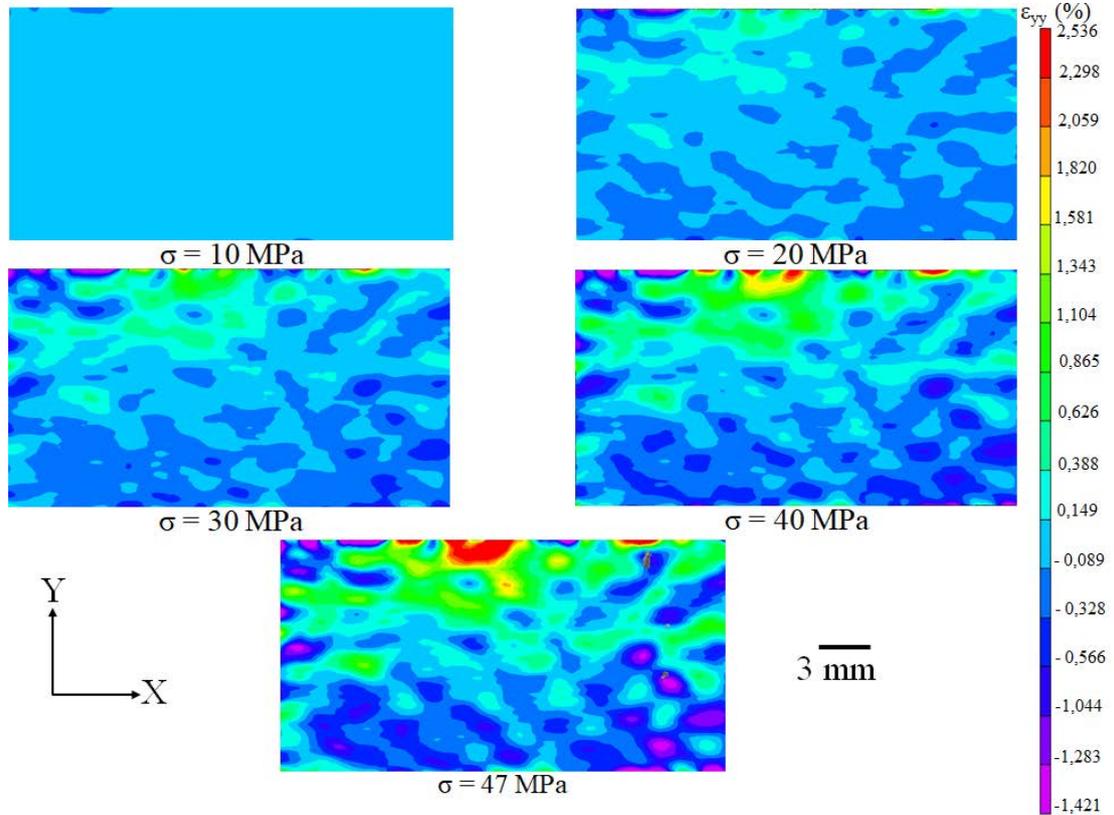
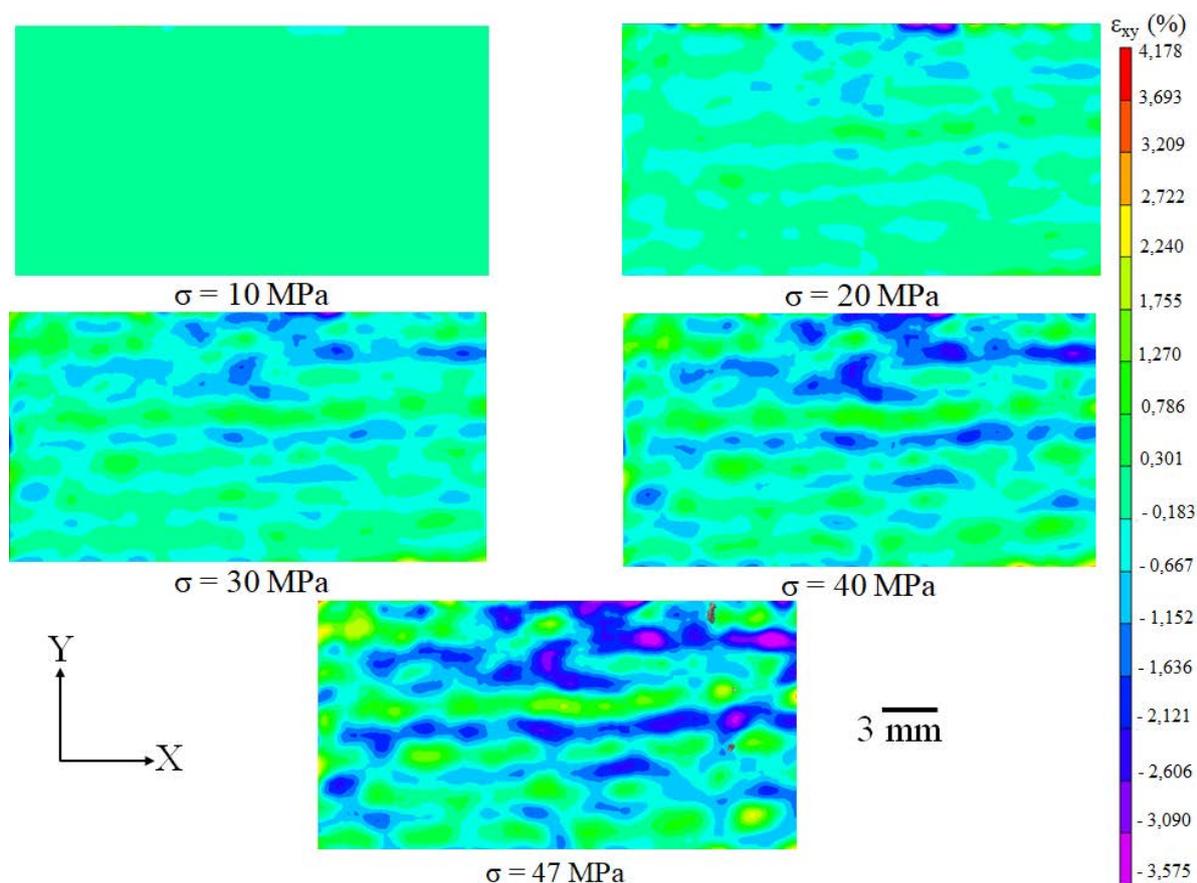


Figure III.46. Cartographies des champs de déformations transverses ( $\epsilon_{yy}$ ) mesurées par corrélation d'images (VIC-2D) pour différents niveaux de contraintes ( $JP_0$ ). Sens de sollicitation selon X.



**Figure III.47. Cartographies des champs de déformations de cisaillement ( $\epsilon_{xy}$ ) mesurées par corrélation d'images (VIC-2D) pour différents niveaux de contraintes (JP\_0). Sens de sollicitation selon X.**

Des valeurs très faibles de déformations  $\epsilon_{xy}$  sont obtenues sur les cartographies de la figure III.47 indiquant que le composite JP\_0 subit peu de déformation en cisaillement lors de l'essai de traction monotone.

Il est possible de relier les hétérogénéités observées sur les champs de déformation à l'architecture du renfort du composite jute/polyester. Pour ce faire, l'éprouvette a été lavée à l'aide de l'éthanol afin d'enlever le mouchetis et de voir l'architecture du renfort. Ensuite des mesures de déformations locales ont été effectuées selon 3 lignes (figure III.48) placées au centre des torons. Les lignes L1 et L2 suivent deux fils dans la direction trame (direction de chargement), quant à la ligne L3, elle est tracée suivant un fil chaîne. Pour chaque ligne, la déformation est tracée sur deux cent points (l'axe des abscisses).

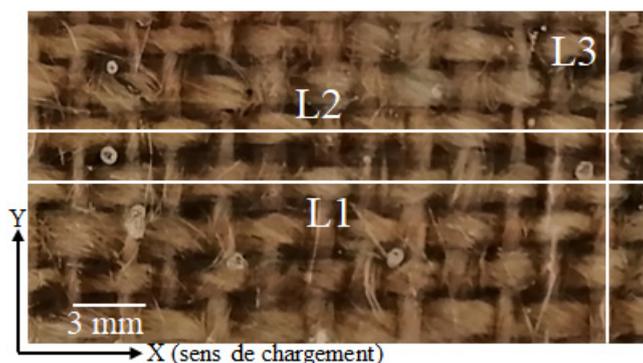


Figure III.48. Photo de la zone étudiée sans mouchetis avec la position des trois lignes L1, L2 et L3 de suivi de déformation (JP\_0).

La figure III.49 présente l'évolution de la déformation longitudinale  $\varepsilon_{xx}$  le long de la ligne L1. On peut voir que les hétérogénéités dans les déformations sont d'autant plus marquées que la contrainte est élevée. Pour chaque niveau de chargement, les courbes de déformations oscillent autour de la valeur de la déformation macroscopique correspondante.

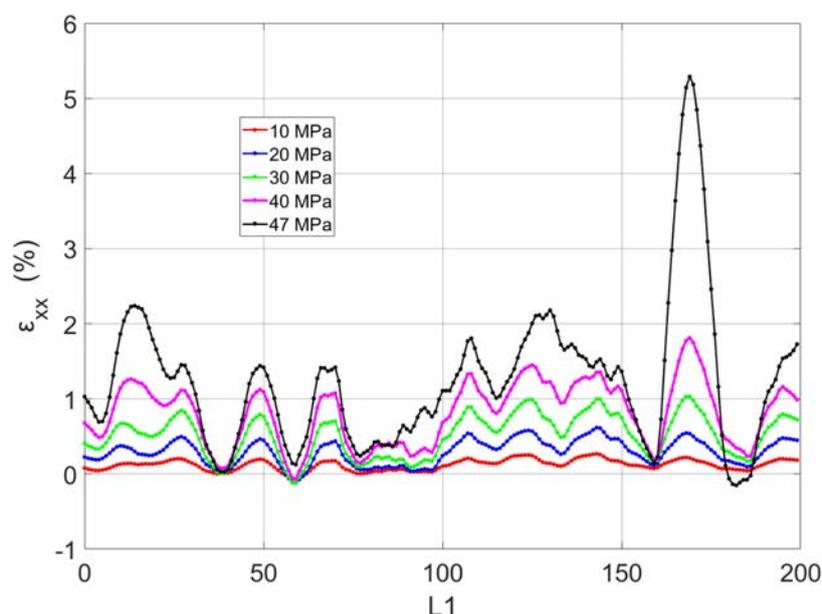


Figure III.49. Evolution de la déformation longitudinale pour différents niveaux de contraintes le long de la ligne L1 pour un essai de traction monotone (JP\_0).

La déformation présente une périodicité le long de la ligne. Cette périodicité semble être liée à l'architecture du tissage. Le maximum des déformations est observé lorsque le fil de trame passe sous le fil de chaîne tandis que le minimum des déformations est observé lorsque le fil de trame passe au-dessus du fil de chaîne. Pour une contrainte de chargement de 46 MPa, on mesure une valeur de déformation locale maximale de 5,2 % qui représente environ 5 fois la valeur de la déformation à rupture de l'éprouvette.

La figure III.50 présente l'évolution de la déformation longitudinale le long de la ligne L2, on retrouve la même tendance avec le maximum de la déformation mesurée quand le fil de chaîne est en surface. Les valeurs de déformations sont différentes le long des deux lignes L1 et L2. Cela peut être expliqué par la variabilité des propriétés physiques et mécaniques des fils de jute.

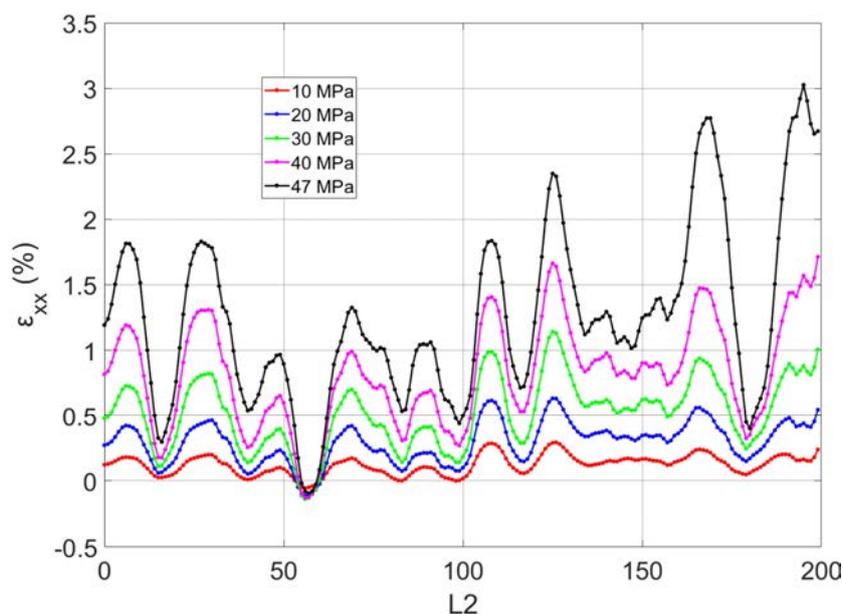


Figure III.50. Evolution de la déformation longitudinale pour différents niveaux de contraintes le long de la ligne L2 pour un essai de traction monotone (JP\_0).

L'évolution de la déformation le long de la ligne L3 est présentée sur la figure III.51. L'ensemble des courbes confirme que la déformation est maximale lorsque le fil de chaîne est en surface.

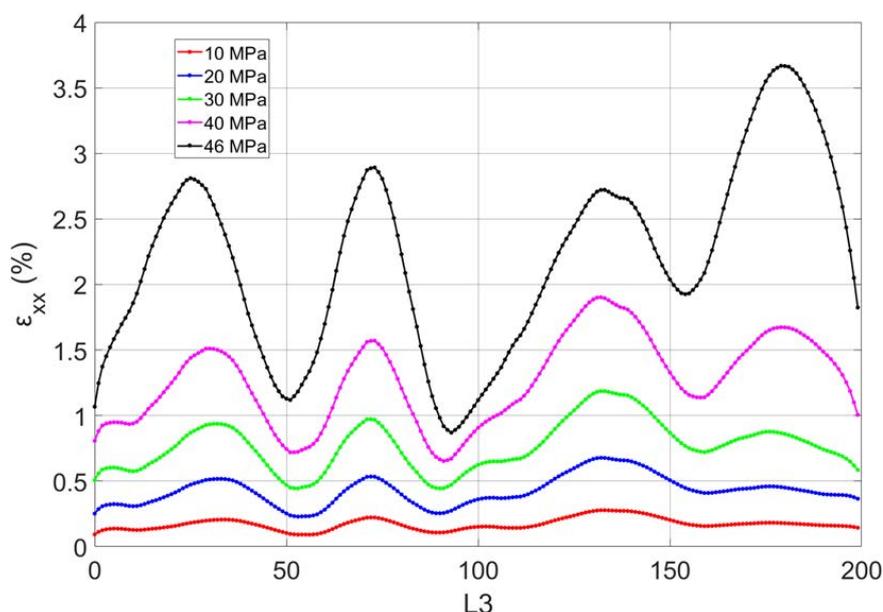
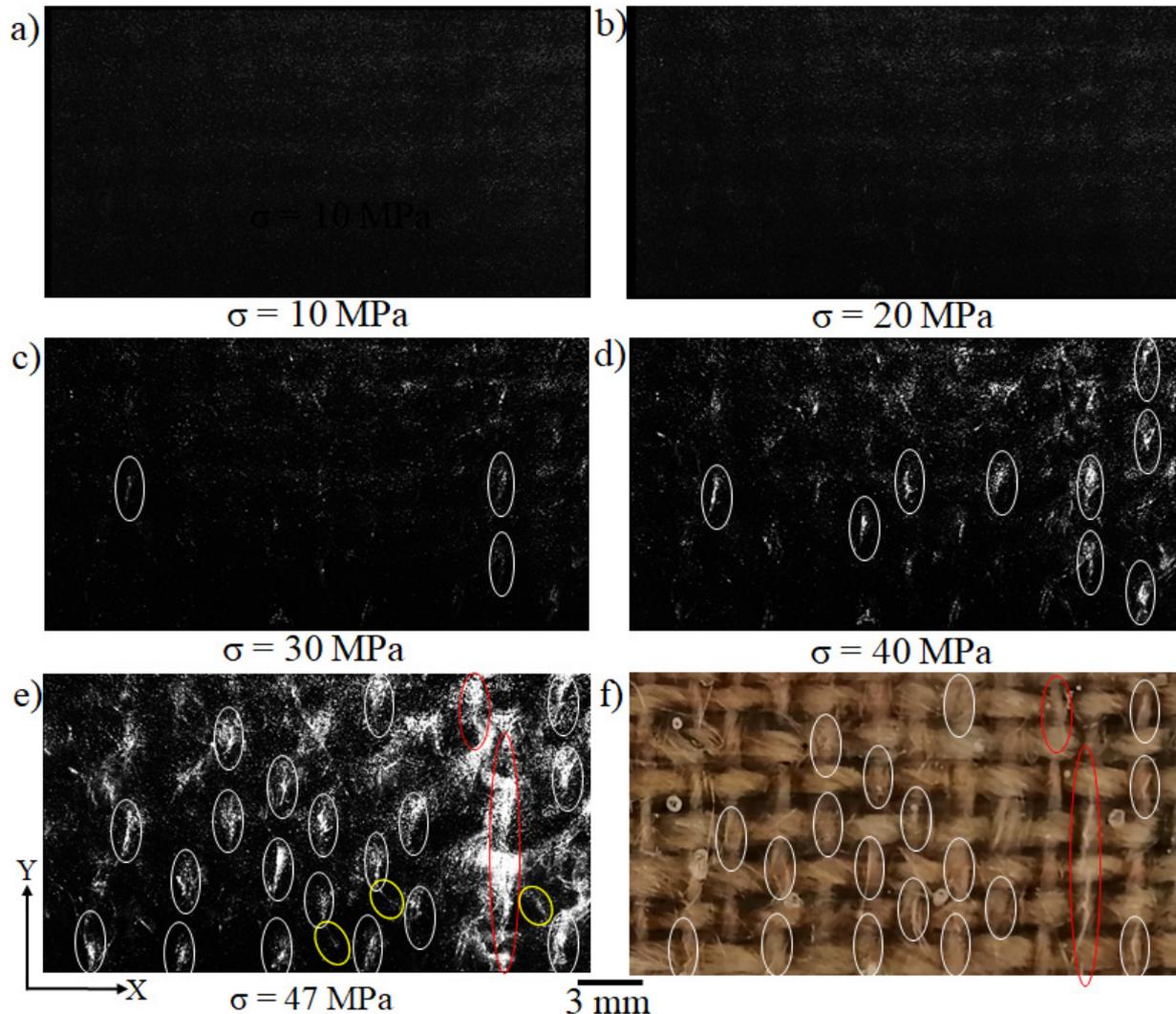


Figure III.51. Evolution de la déformation longitudinale pour différents niveaux de contraintes le long de la ligne L3 pour un essai de traction (JP\_0).

Les résidus de corrélation d'images obtenus à différents niveaux de contraintes sont présentés sur la figure III.52. Pour des contraintes de chargement inférieures à 20 MPa, rien n'est détecté sur les résidus. Les premiers endommagements commencent à apparaître à partir de la contrainte de 30 MPa (entourés en blanc sur figure III.52.c), et sont localisés aux endroits où les fils de chaîne sont en surface. Ces zones correspondent également à celles où la déformation longitudinale est maximale. Au fur et à mesure que la contrainte de chargement

augmente, le nombre de ces endommagements croît comme le mettent en évidence les figures III.52.d et III.52.e.



**Figure III.52.** Résidus de la corrélation d'images obtenus à différents niveaux de contraintes (a, b, c, d et e) pour une éprouvette du composite JP\_0. f) représente une photo de la zone d'étude sans mouchetis après rupture. Le sens de X correspond à la direction de sollicitation.

En effet, les endommagements observés sur les résidus de corrélations d'images sont liés aux fissures développées à l'intérieur des fils transversaux. Ces résultats sont cohérents avec ceux obtenus par  $\mu$ -tomographie qui ont mis en évidence la présence de fissurations sur toute la longueur des fils transversaux entre deux fils. On constate également la propagation de quelques fissures vers la zone riche en matrice (entourées en jaune). Ces dernières sont observées uniquement sur la figure III.52.e correspondant à une image prise juste avant la rupture de l'éprouvette. Ce résultat montre d'une part que la fissuration matricielle se développe tardivement au cours de l'essai de traction (entre 40 MPa et 47 MPa) et confirme d'autre part qu'elle est induite par la propagation des décohésions fibre/matrice au sein des fils transversaux pour les composites JP\_0.

Enfin, une macro-fissuration matricielle est observée sur la figure III.52.e (entourée en rouge). Cette dernière s'est propagée à la fin de l'essai sur toute la largeur de l'éprouvette. La

zone où elle est détectée correspond à l'endroit où la déformation mesurée le long de la ligne L1 atteint la valeur de 5,2 %.

Tous les maximums de déformations longitudinales observés le long des fils L1, L2 et L3 sont dus à l'apparition de fissures au sein des fils transversaux (coalescence des décohésions faisceaux de fibres/matrice). Ces dernières n'ont pas pu être détectées sur les cartographies de déformation d'où l'intérêt de calculer les résidus.

### III.3. Cartographies des déformations d'une éprouvette JP\_45

Les cartographies des champs de déformation plane ont été tracées pour les composites JP\_45. Les résultats sont présentés sur les figures IV.53, IV.54 et IV.55.

Les champs de déformations pour une contrainte au-dessous de la limite d'élasticité sont homogènes. Au fur et à mesure que la contrainte de chargement augmente, des hétérogénéités, qui semblent être plus importantes que pour les composites JP\_0 apparaissent. Ces hétérogénéités sont aussi liées à l'architecture du tissu.

Sur les champs de déformations longitudinales (figure III.53), on remarque que la zone riche en matrice subit une compression au cours de l'essai de traction. Le maximum de la déformation est observé lorsque les fils de chaîne et de trame sont en surface.

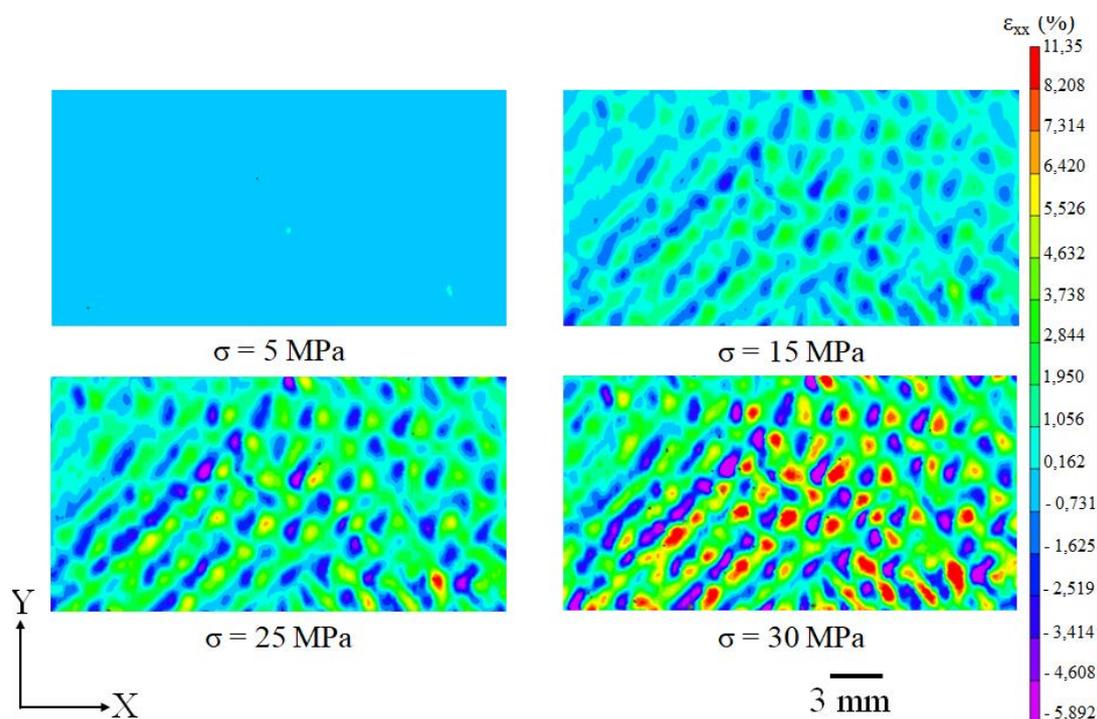


Figure III.53. Cartographies des champs de déformations longitudinales ( $\varepsilon_{xx}$ ) mesurées par corrélation d'images (VIC-2D) lors d'un essai de traction pour différents niveaux de contraintes (JP\_45). Sens de sollicitation selon X.

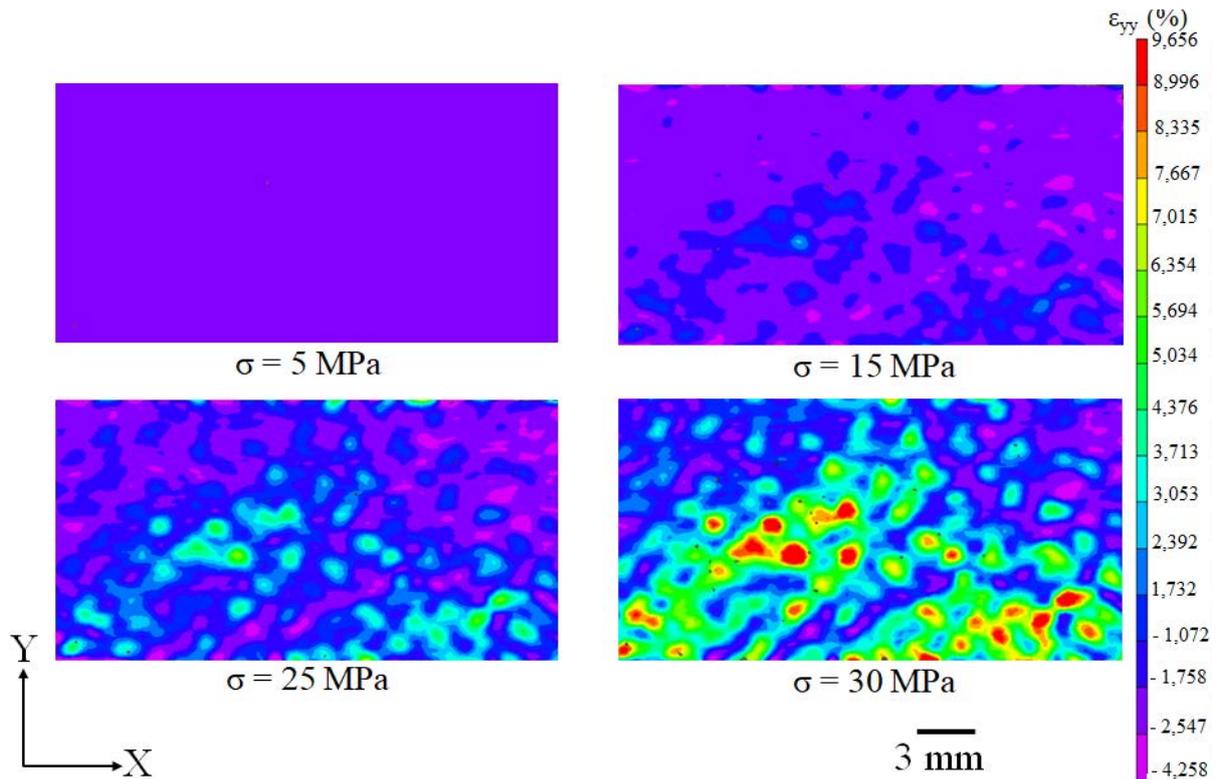


Figure III.54. Cartographies des champs de déformations transverses ( $\epsilon_{yy}$ ) mesurées par corrélation d'images (VIC-2D) lors d'un essai de traction pour différents niveaux de contraintes (JP\_45). Sens de sollicitation selon X.

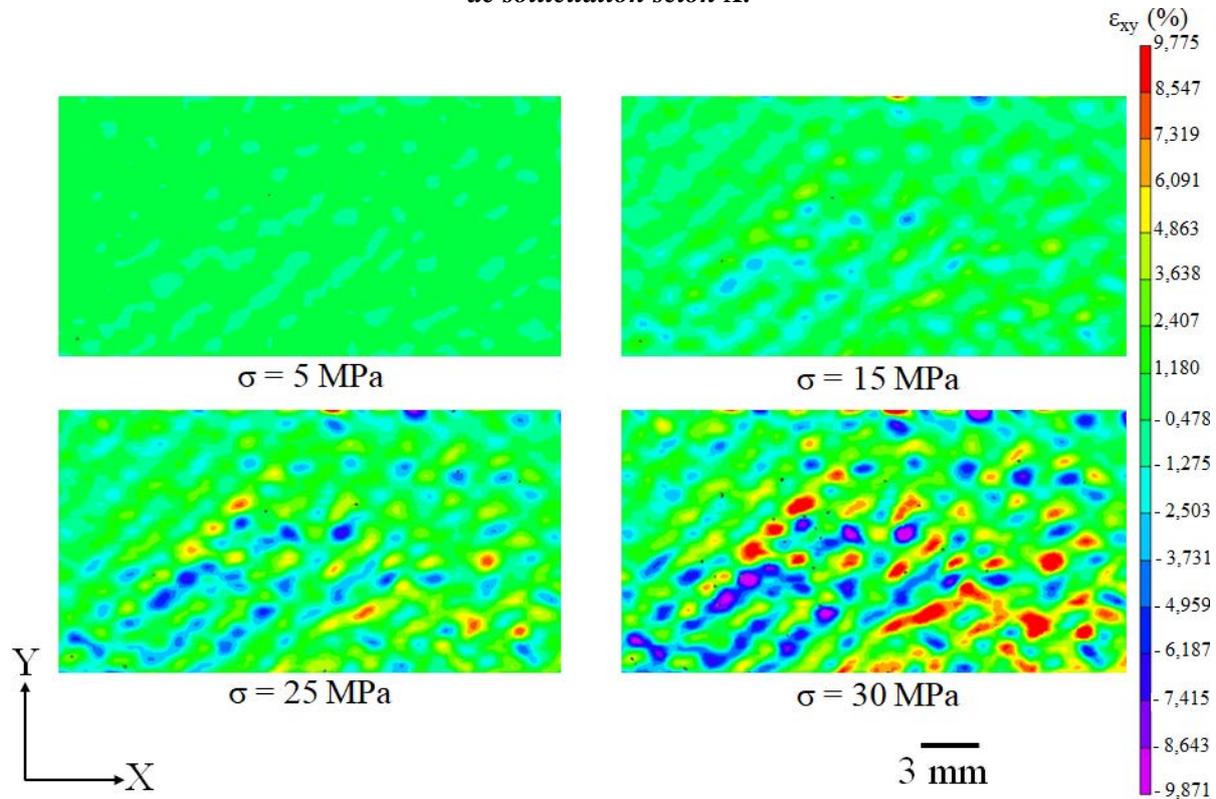


Figure III.55. Cartographies des champs de déformations de cisaillement ( $\epsilon_{xy}$ ) mesurées par corrélation d'images (VIC-2D) lors d'un essai de traction pour différents niveaux de contraintes (JP\_45). Sens de sollicitation selon X.

La figure III.56 présente une photo prise après rupture de la zone d'étude sans mouchetis ainsi que le tracé des trois lignes de suivi de déformation.

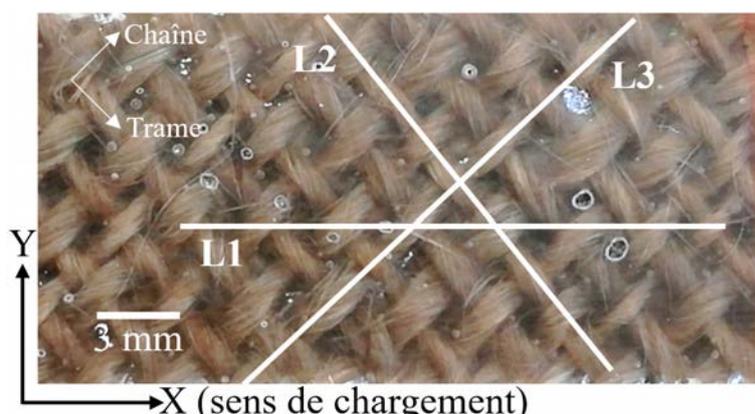


Figure III.56. Photo de la zone étudiée sans mouchetis avec la position des trois lignes de suivi de déformation pour une éprouvette du composite JP\_45.

La ligne L1 est tracée parallèlement au sens de chargement suivant l'axe X. Les lignes L2 et L3 sont tracées respectivement le long d'un fil de trame et d'un fil de chaîne.

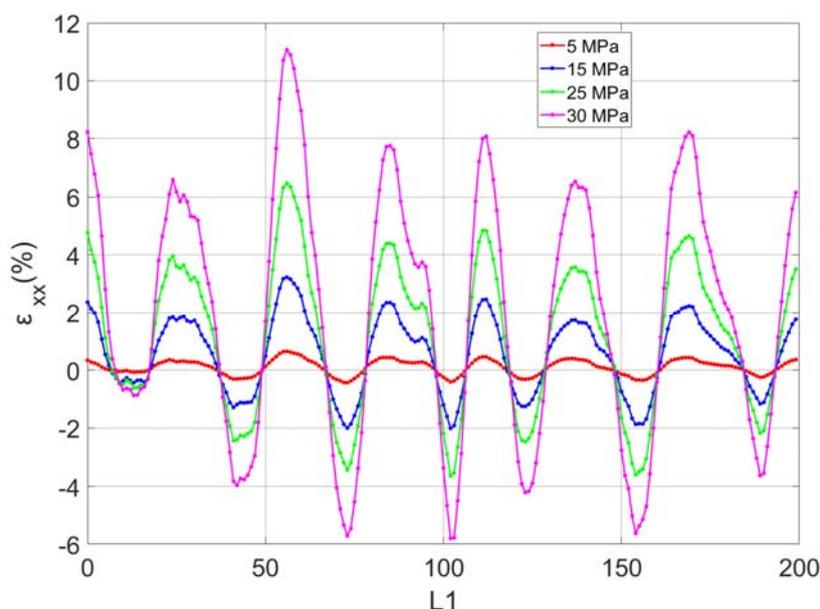


Figure III.57. Evolution de la déformation longitudinale pour différents niveaux de contraintes le long de la ligne L1 (JP\_45).

L'évolution de la déformation longitudinale le long de la ligne L1 (figure III.57) indique que les valeurs maximales et minimales de la déformation ont tendance à s'accroître avec l'augmentation de la contrainte de chargement. Les zones riches en matrice subissent une compression avec des valeurs de déformations locales atteignant les  $-6\%$  pour une contrainte de chargement de 30 MPa. Ce phénomène est probablement lié à l'hétérogénéité du tissu.

Le maximum des déformations est observé lorsque le fil de chaîne est en surface. La courbe de la déformation qui correspond à une contrainte de chargement de 30 MPa met en évidence la présence de zones où la déformation dépasse les  $8\%$ , preuve d'une très forte

variabilité des valeurs de la déformation entre les différentes zones de l'éprouvette du composite JP\_45.

L'ensemble des courbes de déformation tracées le long des fils de trame (L2) et de chaîne (L3) (figure III.58) confirme que le maximum de la déformation longitudinale est situé dans les zones où les fils de trame et de chaîne sont en surface.

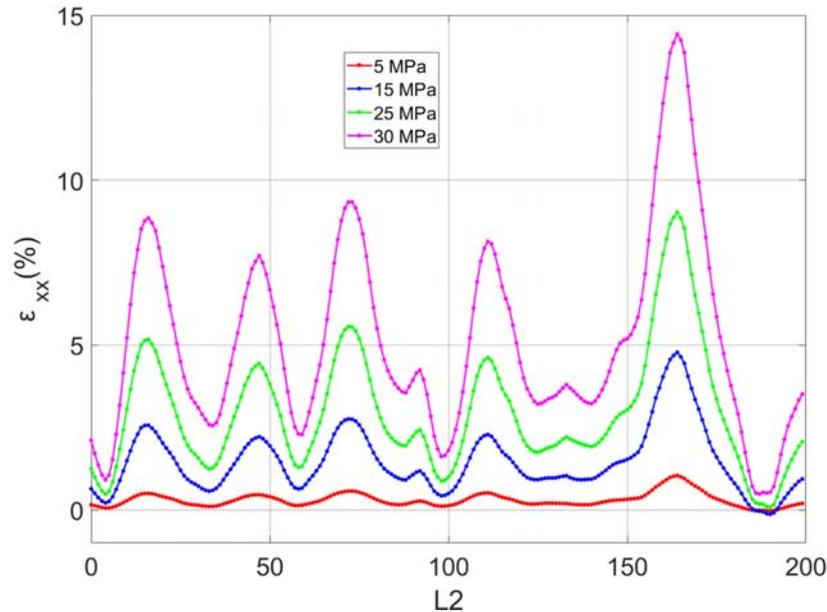


Figure III.1. Evolution de la déformation longitudinale pour différents niveaux de contraintes le long de la ligne L2 (JP\_45).

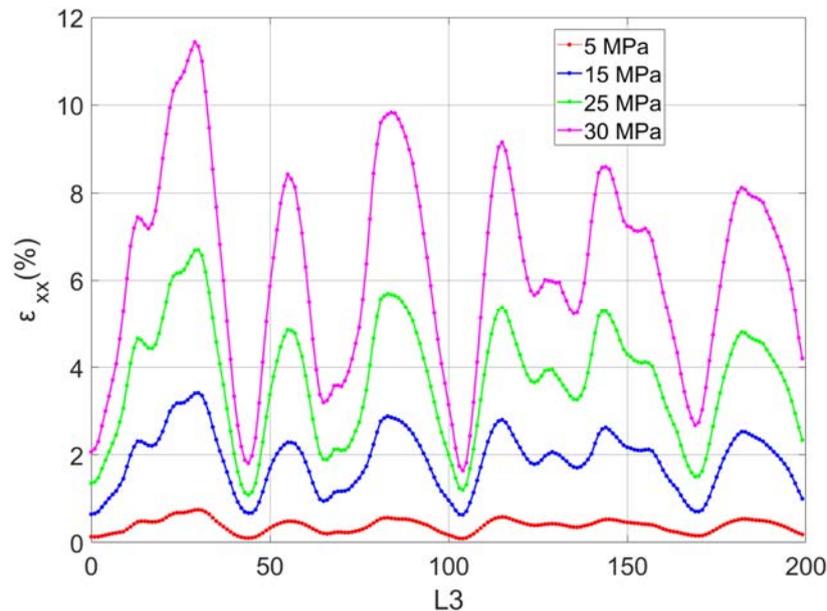


Figure III.2. Evolution de la déformation longitudinale pour différents niveaux de contraintes le long de la ligne L3 (JP\_45).

Pour des contraintes de chargement de 5 MPa et 15 MPa, les résidus (figure III.58.a et b) ne révèlent aucun endommagement sur la surface de l'éprouvette. En revanche pour une contrainte de chargement de 25 MPa, le résidu met en évidence l'apparition des premières fissures (figure III.58.c). Ces dernières sont orientées dans la même direction que les fils de jute

et sont observées dans les deux directions trame et chaîne. Avec l'augmentation de la contrainte de chargement, le nombre de ces fissures augmente (figure III.58.d).

L'ensemble de ces fissures est en effet lié aux décohésions fils/matrice déjà observées en  $\mu$ -tomographie RX et au MEB pour cette orientation. L'image de la zone d'étude sans mouchetis (figure III.58.e) indique que ces endommagements se situent aux bords des fils de trame et de chaîne. On peut même les apercevoir sur les deux bords d'un fil (entourés en rouge sur la figure III.58.d et e).

Par ailleurs, aucune fissuration matricielle n'est observée sur les résidus de corrélation d'images. Cependant la rupture ne s'est pas produite dans la zone observée. Il est probable que les fissurations matricielles se sont plus développées vers la zone de rupture.

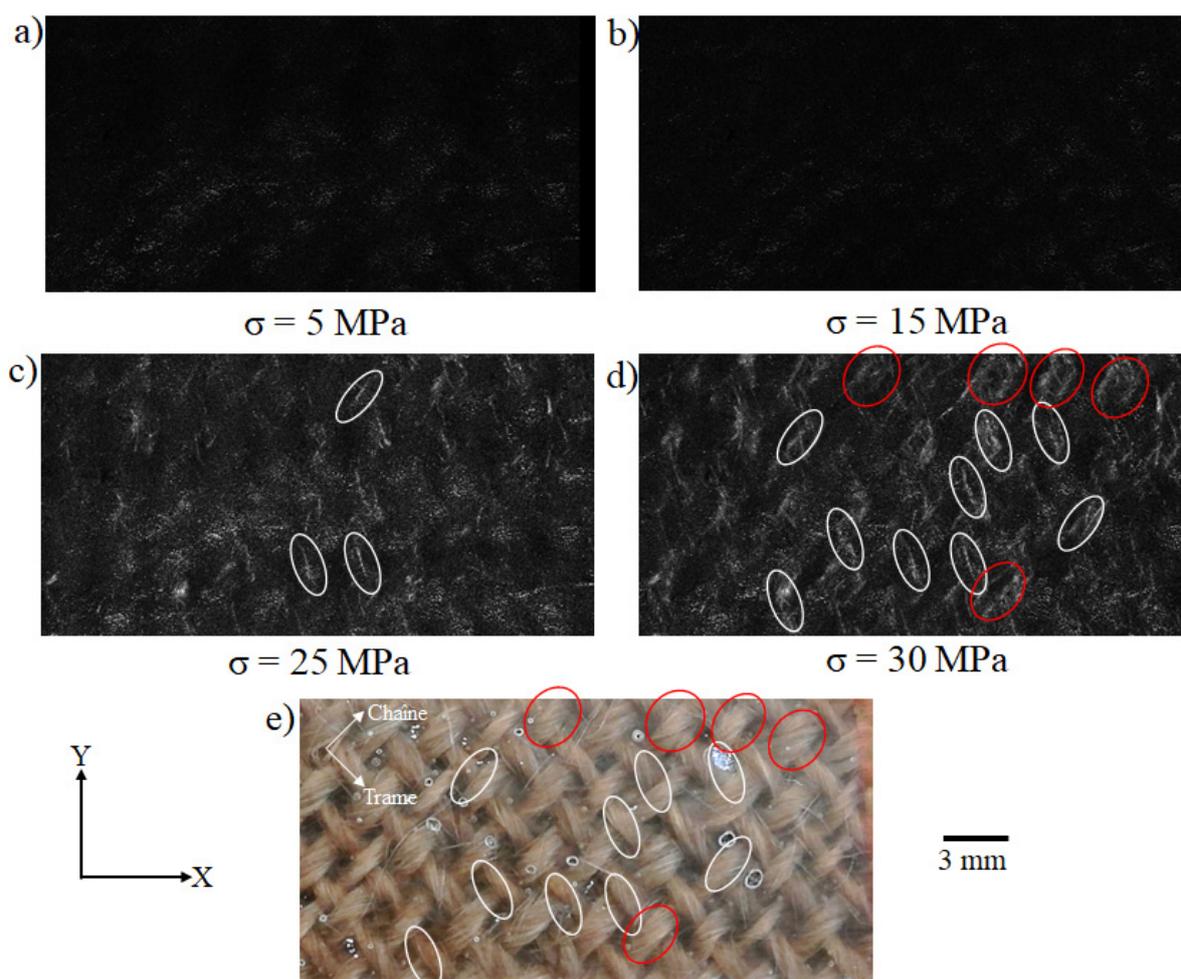


Figure III.58. Résidus de la corrélation d'images obtenus à différents niveaux de contraintes (a, b, c, et d) pour une éprouvette du composite JP\_45. e) représente une photo de la zone d'étude sans mouchetis après rupture. Le sens de X correspond à la direction de sollicitation.

#### III.4. Bilan de l'analyse des résultats de corrélation d'images

L'analyse des résultats de corrélation d'images a mis en évidence la présence d'hétérogénéités importantes sur les cartographies de déformations. Ces dernières sont liées à l'architecture du tissu et à l'apparition des endommagements, observés uniquement sur les résidus de corrélations d'images. En outre, les résultats ont mis en évidence des points

importants concernant la caractérisation de la chronologie de l'endommagement des éprouvettes :

- Les décohésions fibre/matrice constituant le mode d'endommagement prépondérant semble être le premier mécanisme à s'activer lors de la sollicitation mécanique pour les deux orientations. Pour les composites JP\_0 les décohésions se développent au sein des fils transversaux (chaîne), tandis qu'elles sont observées uniquement sur les bords des fils pour les composites JP\_45. Ce dernier résultat est cohérent avec les observations au MEB et par  $\mu$ -tomographie X.

- Les fissurations matricielles s'activent vers la fin de l'essai, elles sont peu nombreuses et semblent s'amorcer à partir des décohésions fibre/matrice développées au sein des fils transversaux pour les composites JP\_0.

## IV. Identification de la chronologie des mécanismes d'endommagement

### IV.1. Résultats de la classification non-supervisée en traction monotone

La classification non-supervisée est réalisée en appliquant la méthodologie présentée dans la section III.2.2-Chapitre II. Pour les analyses, seuls les signaux localisés (événements) sont pris en compte. La classification est réalisée en considérant les 26 descripteurs listés dans le tableau II.5. Les descripteurs PP3 (25) et PP4 (26) ne sont pas pris en compte car ils présentent beaucoup de valeurs nulles.

#### IV.1.1. Sélection des descripteurs pour la structuration des données

Les descripteurs pertinents ( $\overline{SL_r} > 0,9$ ) et peu corrélés (niveau de corrélation inférieur à 0,2) sont conservés en vue de la segmentation des données d'EA. Pour un groupe de descripteurs corrélés, le descripteur qui présente le  $\overline{SL_r}$  le plus élevé est retenu.

La figure III.59 présente les valeurs moyennes du  $\overline{SL_r}$  calculées pour chaque descripteur d'EA à partir des différents essais (les barrettes représentent les écarts types) ainsi que les dendrogrammes obtenus pour les deux orientations. Les descripteurs entourés sur les figures sont ceux qui possèdent un  $\overline{SL_r}$  supérieur à 0,9.

Les valeurs moyennes du  $\overline{SL_r}$  obtenues pour les descripteurs des signaux enregistrés lors des essais sur le composite JP\_0 sont proches de celles obtenues pour les descripteurs des signaux du composite JP\_45 avec très peu de dispersion entre les essais (figure III.59.a). Les deux orientations présentent des dendrogrammes similaires et reproductibles (figure III.59.b et figure III.59.c).

Les descripteurs reliés à l'énergie et à la durée du signal (groupe rouge) et ceux reliés au contenu fréquentiel (groupe bleu et violet) présentent des valeurs élevées du  $\overline{SL_r}$  indiquant qu'ils sont pertinents pour la classification. En revanche, les descripteurs calculés sur le début du signal ne sont pas pertinents car ils présentent des valeurs du  $\overline{SL_r}$  relativement faibles (groupe vert et marron en plus du 8 et du 13). On note cependant que le barycentre fréquentiel (22) est faiblement corrélé aux autres descripteurs avec un  $\overline{SL_r}$  élevé.

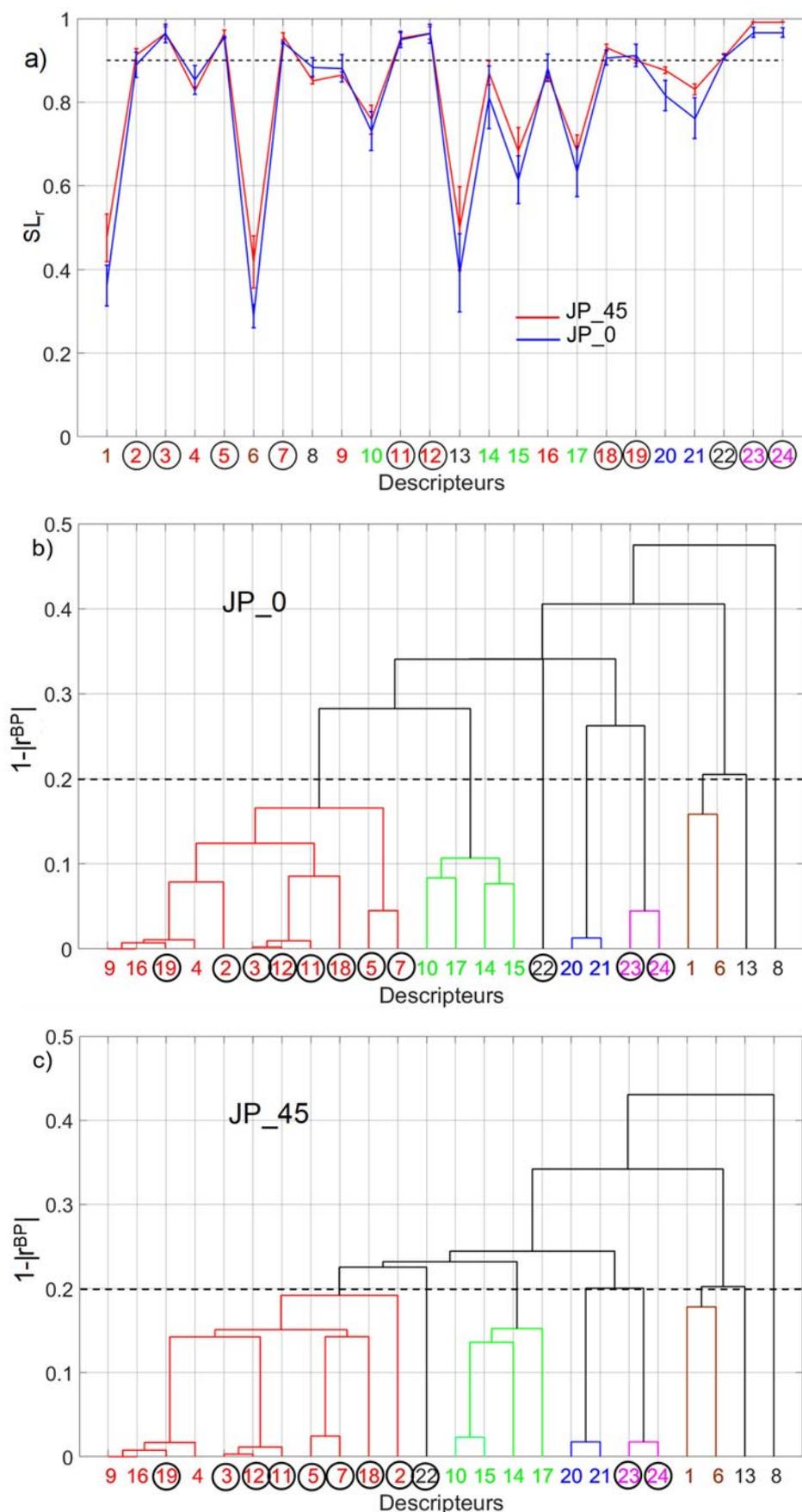


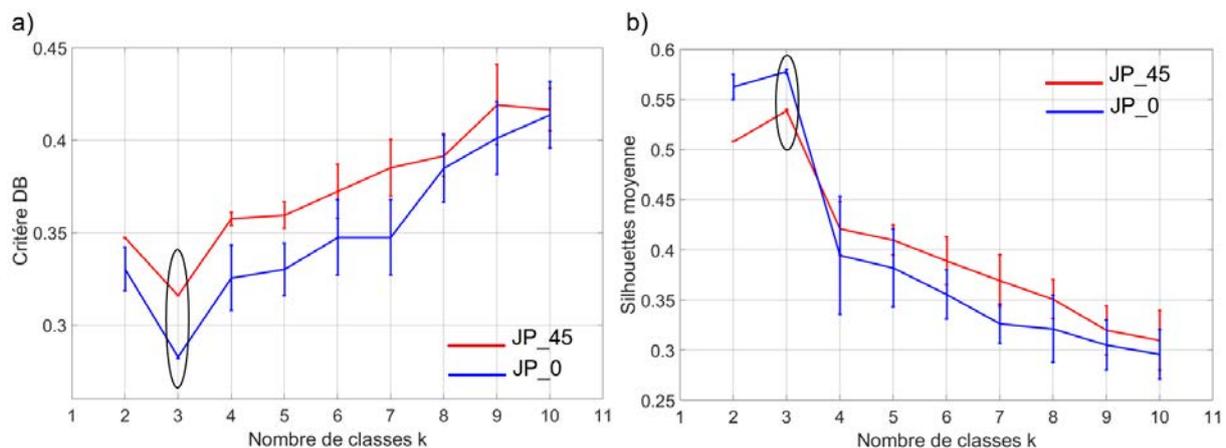
Figure III.59.  $\overline{SL_r}$  et dendrogrammes obtenus pour les deux orientations. a) Valeurs moyennes du  $\overline{SL_r}$  calculées pour chaque descripteur d'EA (les barrettes représentent l'écart type) ; b) dendrogramme JP\_0 ; c) dendrogramme JP\_45.

En combinant le  $\overline{SL_r}$  et le dendrogramme, trois descripteurs, dont un temporel et deux fréquentiels, sont ainsi retenus pour la structuration des données d'EA pour les deux orientations. Ces derniers sont :

- **La durée du signal** (3) avec le score Laplacien le plus élevé du groupe rouge sur le dendrogramme.
- **Le barycentre fréquentiel** (22) : peu corrélé avec les autres descripteurs avec un score Laplacien de 0,92.
- **La fréquence pic** (23) corrélé seulement avec la fréquence pic pondérée (24) et possède le score Laplacien le plus élevé de tous les descripteurs.

#### IV.1.2. Structuration des données d'EA

Les classifications des événements acoustiques sont réalisés pour un nombre de classes  $k$  allant de 2 jusqu'à 10. Afin de s'assurer de la reproductibilité de la segmentation, la classification est répétée 10 fois pour chaque type de composite. L'évolution du critère DB et celle de la silhouette globale en fonction du nombre de classes sont tracées sur la figure III.60.



**Figure III.60. Evolution des critères de segmentation en fonction du nombre de classes pour les deux orientations (valeurs moyennes avec écart type obtenues pour 10 classifications). a) DB ; b) Silhouette globale.**

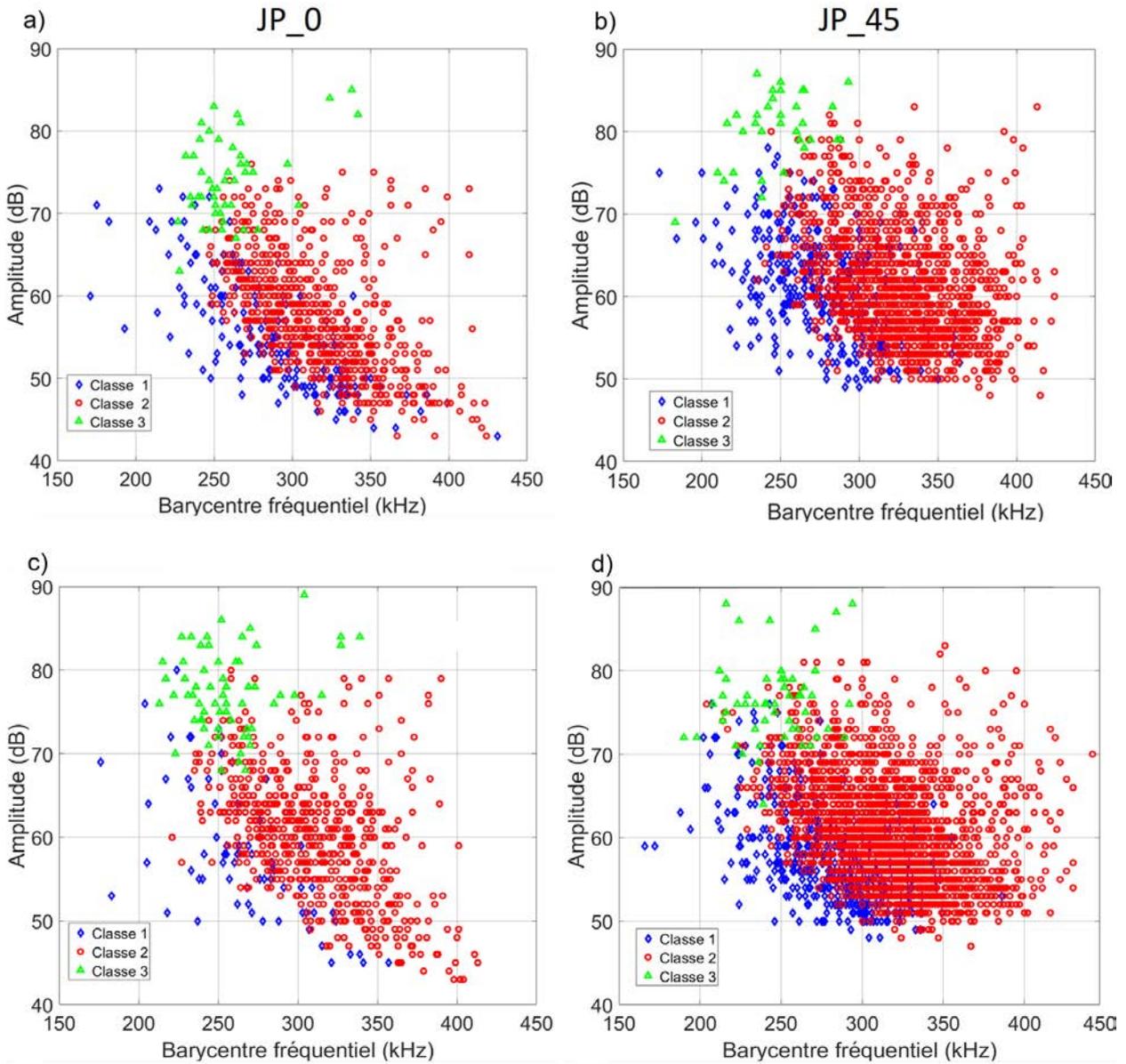
Pour les deux orientations, la meilleure structuration des données est obtenue pour un nombre de classes égal à trois avec peu de dispersion entre les classifications. La valeur de la silhouette moyenne pour ce nombre de classes est supérieure à 0,5 pour les deux orientations.

Les résultats de la classification pour trois essais de traction monotone effectués sur les deux orientations sont résumés dans le tableau III.4. La répartition des trois classes dans le diagramme amplitude-barycentre fréquentiel est présentée sur la figure III.61.

La structuration des données en trois classes est reproductible entre les essais. On retrouve la même répartition des classes dans le diagramme amplitude-barycentre fréquentiel, confirmant ainsi la robustesse de la méthodologie de classification utilisée dans cette étude.

Tableau III.4. Résultats de la segmentation des données d'EA pour trois essais de traction et pour les deux orientations.

Composite	Nombre d'événements	k optimal	DB	S	Proportion des classes (%)		
					1	2	3
JP_0	940	3	0,301	0,511	18	75	7
	725	3	0,289	0,578	13	78	9
	902	3	0,309	0,558	21	68	11
JP_45	2519	3	0,302	0,537	17	80	3
	2201	3	0,306	0,570	15	82	3
	1727	3	0,318	0,586	19	78	3



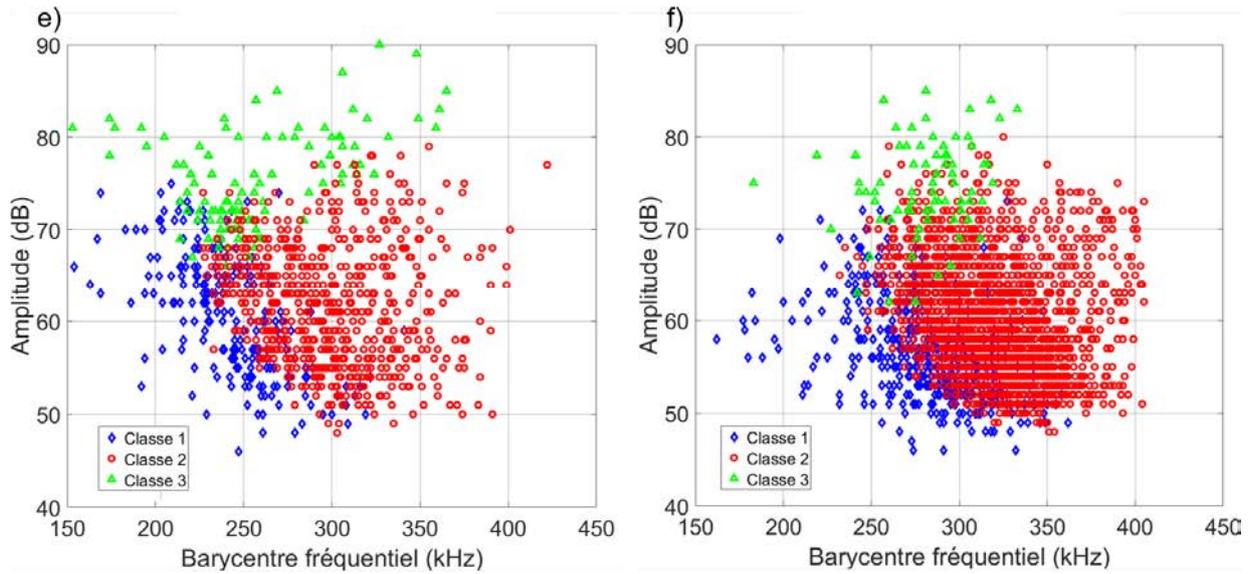
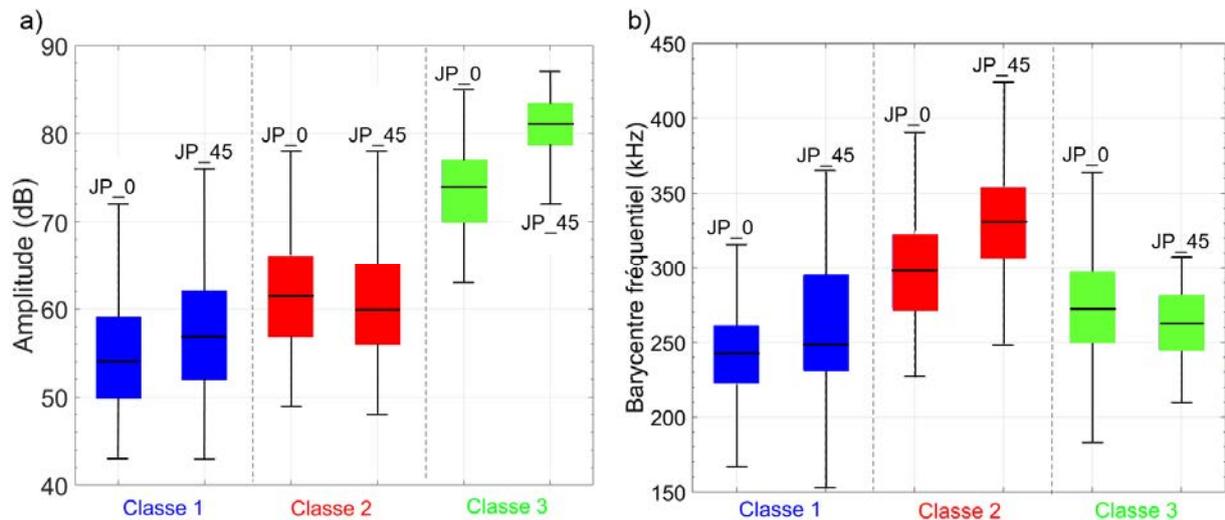


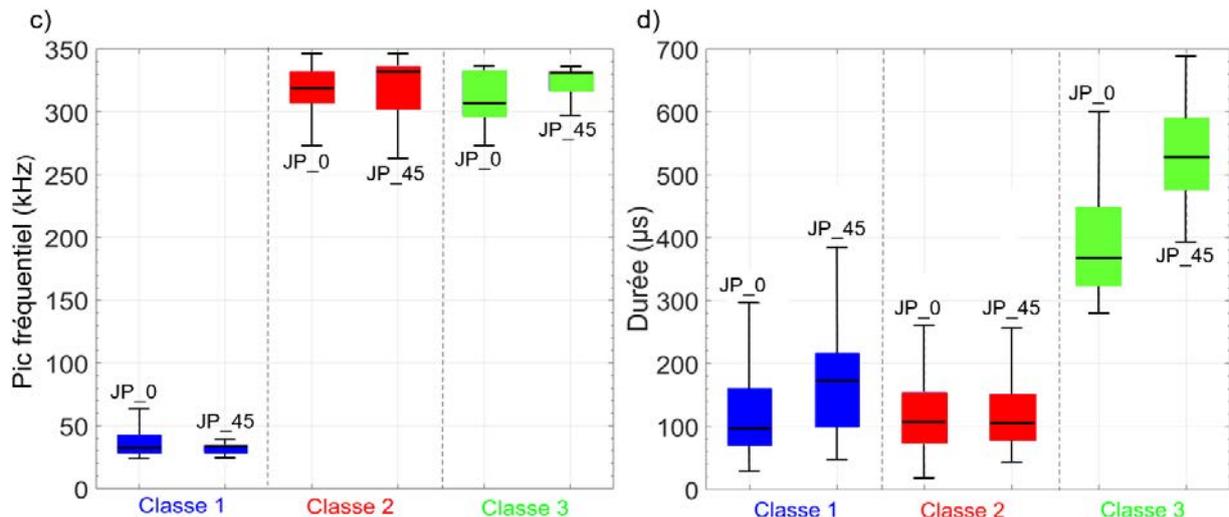
Figure III.61. Répartition des trois classes dans le plan amplitude-barycentre fréquentiel pour trois essais de traction monotone. Composites JP\_0 (a, c, e), Composites JP\_45 (b, d, f).

#### IV.1.3. Caractéristiques et signatures acoustiques des classes

Les caractéristiques des trois classes d’EA obtenues sont comparées pour les deux orientations. Les résultats sont présentés sous formes de boîtes à moustaches sur la figure III.62. Les barres des boîtes centrales représentent de haut en bas le premier quartile, la médiane et le troisième quartile de la distribution. Les pattes des diagrammes indiquent les valeurs extrêmes des propriétés.

Les caractéristiques des évènements des différentes classes sont représentées pour les trois descripteurs retenus pour la classification ainsi que l’amplitude.





**Figure III.62. Boîtes à moustaches représentant les différents descripteurs. a) Amplitude, b) Barycentre fréquentiel, c) Pic fréquentiel, d) Durée.**

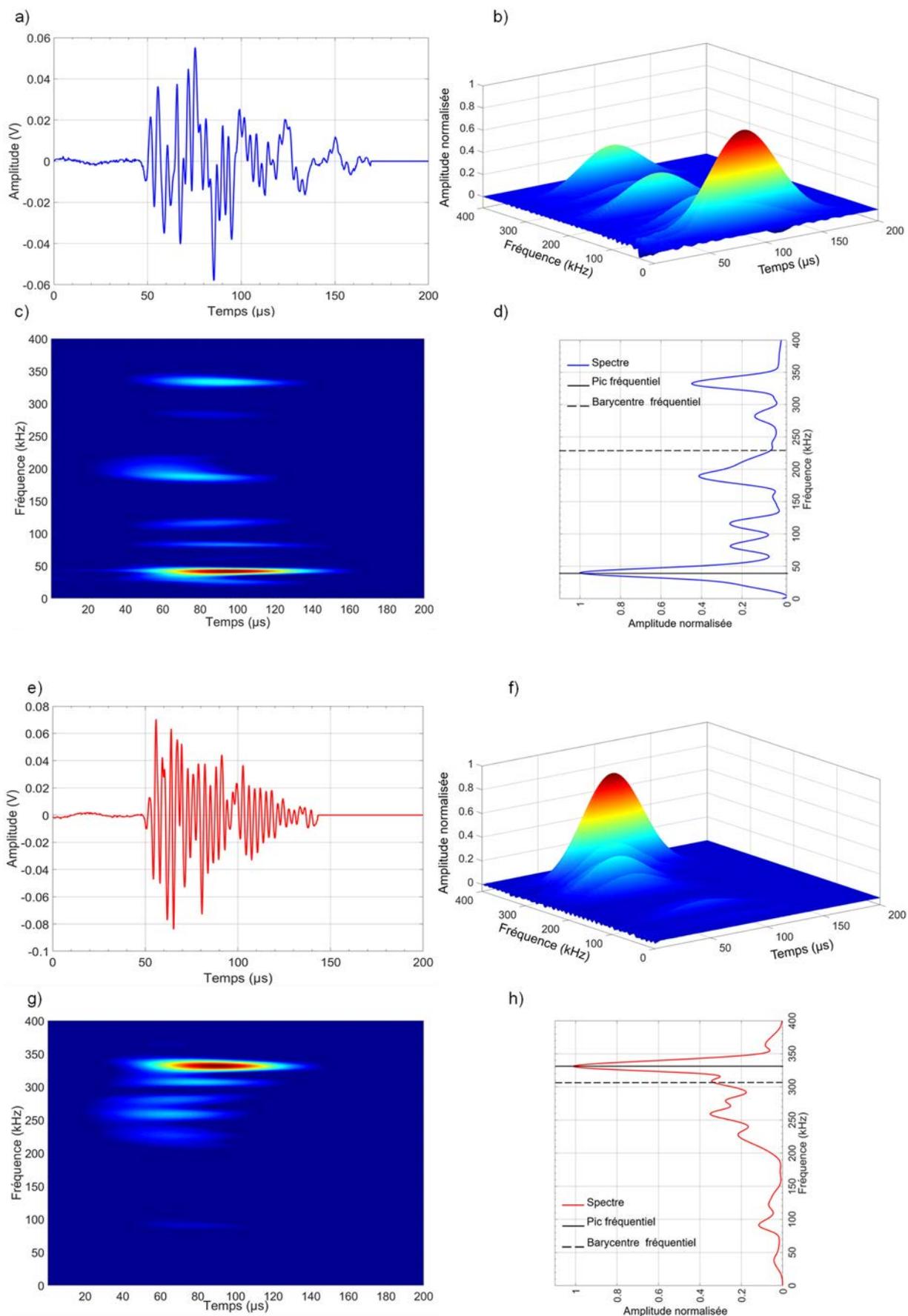
La classe 1 (bleu) et la classe 2 (rouge) présentent des caractéristiques temporelles similaires (amplitude et durée). Elles sont caractérisées par une faible amplitude (entre 56 et 61 dB) et une courte durée (inférieur à 200  $\mu\text{s}$ ). En revanche, dans le domaine fréquentiel, les deux classes présentent des caractéristiques très différentes. En effet, la classe 1 est caractérisée par un pic fréquentiel bas ( $< 50$  kHz), et un barycentre fréquentiel d'environ 240 kHz. La classe 2 quant à elle, est caractérisée par des fréquences plus élevées.

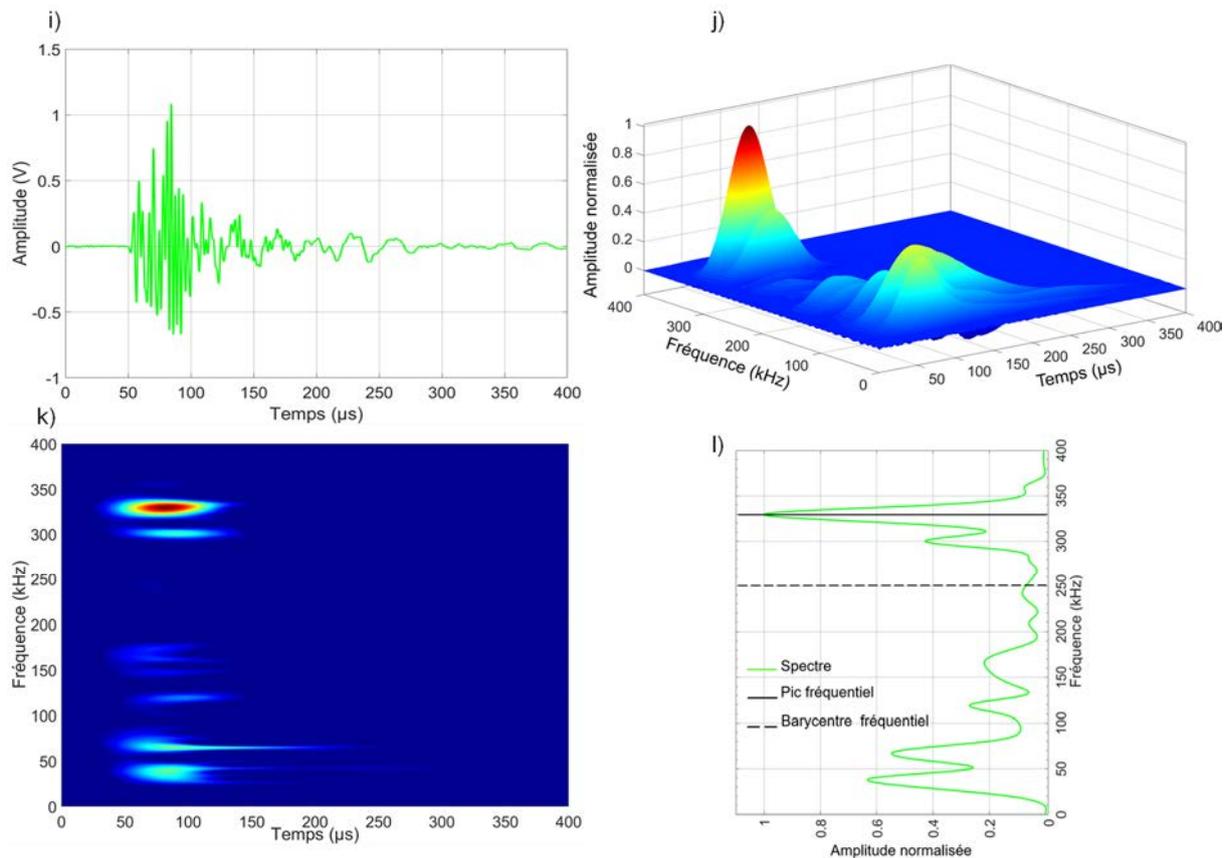
La classe 3 (verte) qui contient des signaux d'amplitude élevée (supérieure à 75 dB) et de longue durée, est caractérisée par un pic fréquentiel similaire à celui de la classe 2 et un barycentre fréquentiel proche de celui de la classe 1.

Afin de caractériser la signature acoustique de chaque classe et d'analyser plus finement leur contenu fréquentiel, trente formes d'ondes ont été extraites pour chaque classe d'EA et pour chaque essai.

Pour chaque forme d'onde, la densité spectrale de puissance ainsi que la pseudo-distribution de Wigner-Ville lissée qui permet de voir l'évolution de la fréquence en fonction du temps ont été tracées.

La figure III.63 présente un exemple de forme d'onde caractéristique de chaque classe. Les trois formes d'ondes sont localisées au même endroit (à 25 mm du capteur 1) afin de s'affranchir de l'effet de propagation.





**Figure III.63. Signatures acoustiques des classes obtenues. Représentation temporelle (a,e,i), fréquentielle (d,h,l), temps-fréquence (c,g,k), temps-fréquence-amplitude (b,f,j) ; Classe 1 (a,b,c,d), Classe 2 (e,f,g,h), Classe 3 (i,j,k,l). Les trois formes d'ondes sont localisées à 25 mm du capteur 1.**

Les trois classes présentent des signatures acoustiques très différentes. La représentation temps-fréquence-amplitude met bien en évidence les différences des contenus fréquentiels des trois classes.

La classe 1 est caractérisée par un pic fréquentiel dans les basses fréquences (40 kHz) présent sur une grande partie du signal, et par quelques composantes fréquentielles dans les plus hautes fréquences (figure III.63.b, III.63.c et III.63.d).

La classe 2 est principalement caractérisée par des composantes fréquentielles vers les plus fortes fréquences (un pic vers les 340 kHz et un barycentre vers les 300 kHz).

Enfin, on remarque que la classe 3 est caractérisée par une composante fréquentielle vers les 340 kHz (pic fréquentiel) et par la présence de quelques composantes basses fréquences qui durent plus longtemps et qui décalent le barycentre fréquentiel vers une valeur de 260 kHz (figure III.63.j, III.63.k et III.63.l).

#### IV.1.4. Activité acoustique et localisation des classes

Pour les deux types de composites, les activités acoustiques des différentes classes pour les deux orientations présentent des similitudes concernant la chronologie d'apparition des classes (figure III.64). On remarque que la classe 2 (rouge), classe majoritaire pour les deux orientations apparaît en premier, juste après le franchissement de la limite élastique. Elle évolue progressivement durant l'essai de traction. Cette classe est suivie par l'apparition de la classe 1

(bleu) qui est de proportion plus faible (13 à 19%). La cinétique d'évolution de cette classe s'accélère vers la fin de l'essai.

Enfin, la classe 3 (verte) qui représente la classe minoritaire et qui contient les signaux de plus fortes amplitudes, apparaît vers la moitié de l'essai (à environ 1,1% de déformation) pour les composites JP\_0 (figure III.64.a). Toutefois, son activité ne s'accélère que vers la fin de l'essai. Pour les composites JP\_45, cette classe apparaît juste avant la ruine totale de l'éprouvette (figure III.64.b).

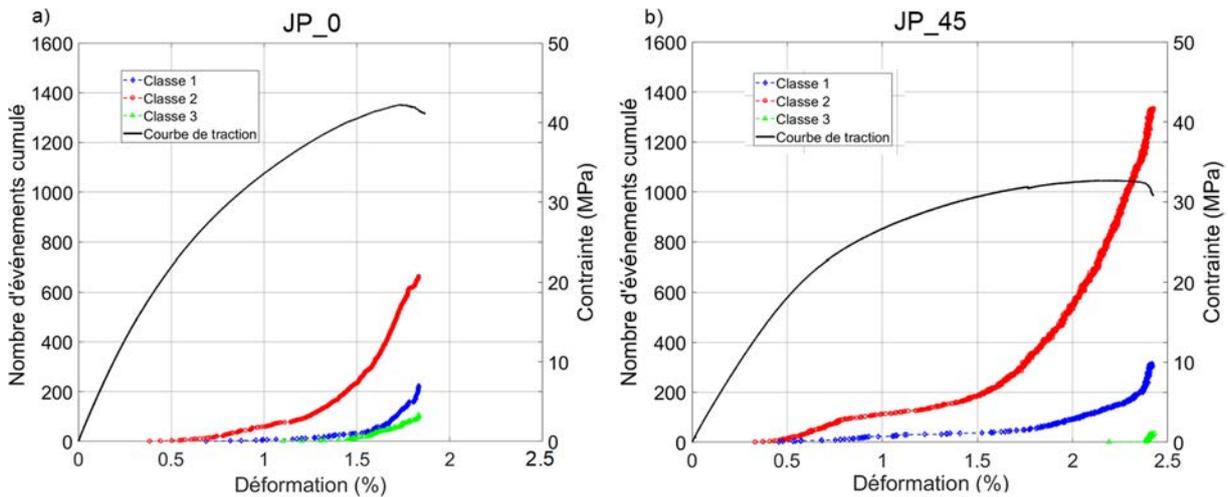
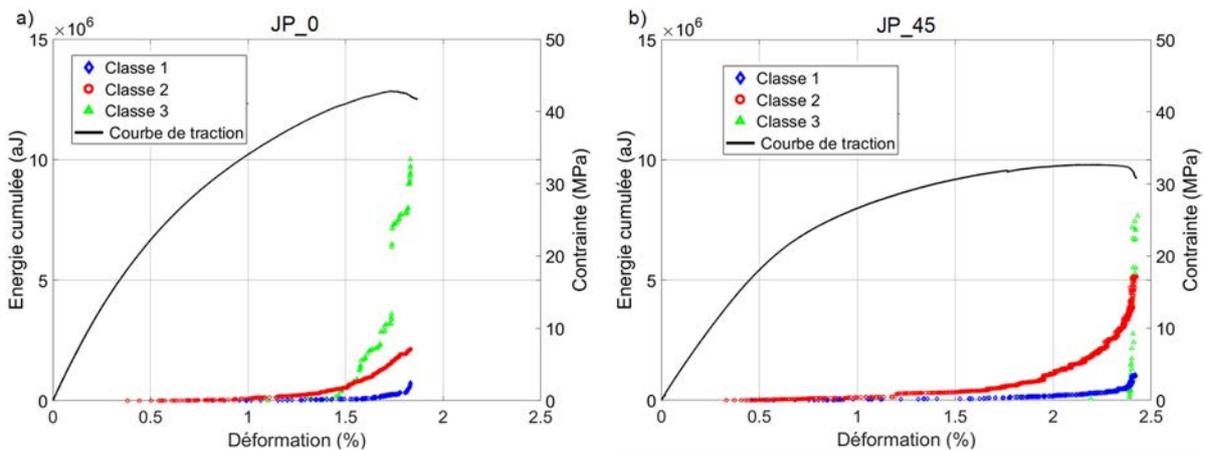


Figure III.64. Evolution de la contrainte et du nombre cumulé d'événements pour chaque classe d'EA en fonction de la déformation. a) JP\_0 ; b) JP\_45.

Bien que la classe 3 soit minoritaire, elle contient les signaux les plus énergétiques (figure III.65.a et figure III.65.b). La sévérité des sources de cette classe est nettement supérieure à celle des classes 1 et 2 (figure III.65.c et figure III.65.d). Pour les deux orientations, l'augmentation de la sévérité observée lors de l'analyse globale de l'endommagement pour les essais de traction monotone (figure III.6) et cyclée (figure III.13) est principalement liée à l'apparition de cette classe. L'activation de cette classe, correspond également au moment où l'évolution des paramètres mécaniques s'accélèrent.

On note que la libération d'énergie est plus importante pour le composite JP\_0. En effet, la proportion de la classe 3 est plus importante pour cette orientation.



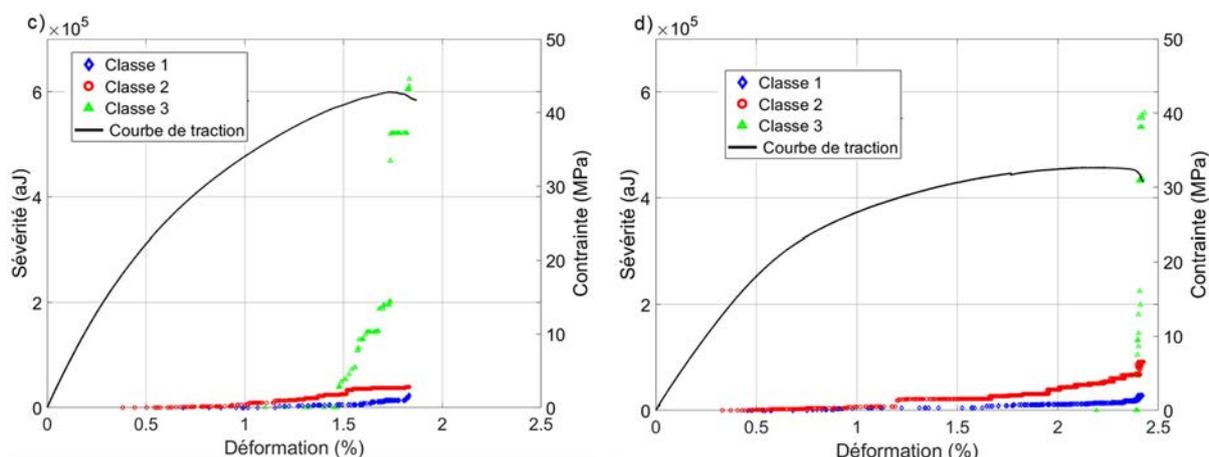


Figure III.65. Evolution de l'énergie cumulée et de la sévérité lors de l'essai de traction pour chaque classe et pour les deux orientations. Energie (a,b), Sévérité (c,d); JP\_0 (a,c), JP\_45 (b,d).

La localisation des événements pour chaque classe d'EA est présentée sur la figure III.66. Pour les deux orientations, les sources de la classe 2 (classe majoritaire) sont réparties de manière homogène sur l'ensemble de la zone utile de l'éprouvette.

La localisation des sources de forte amplitude (classe 3), qui apparaissent vers la fin de l'essai, juste avant la rupture de l'éprouvette pour les JP\_45, est corrélée avec la zone de rupture. Plus de 90 % des sources sont localisées dans la zone de rupture pour les composites JP\_0 (figure III.66.a). Pour les composites JP\_45, la totalité des sources de cette classe sont localisées dans la zone de rupture (figure III.66.b).

Concernant les sources de la classe 1 qui commencent à apparaître vers 0,7 % de déformation, on constate que leur nombre augmente vers la fin de l'essai pour les deux types de composites. Les événements de cette classe sont préférentiellement concentrés dans la zone de rupture des éprouvettes (plus marquée pour les composites JP\_45).

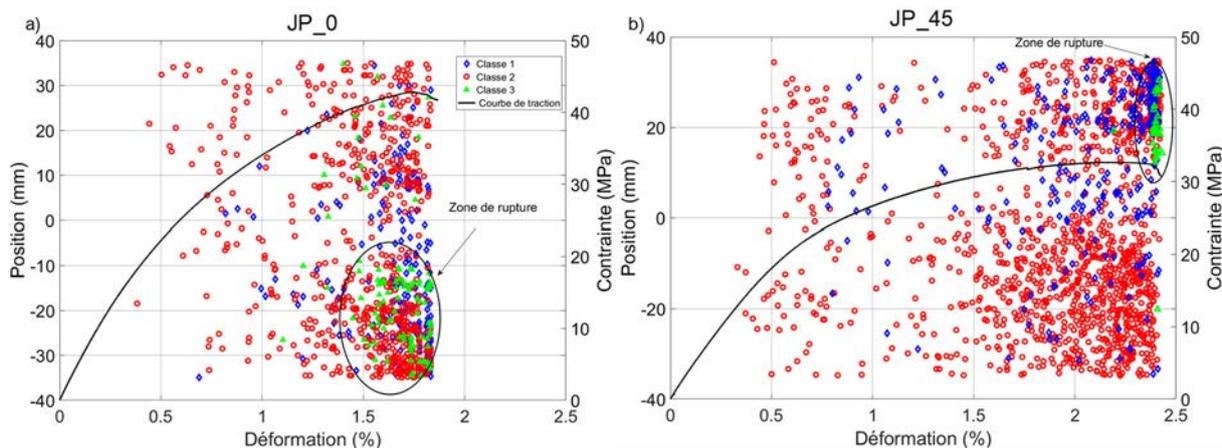


Figure III.66. Localisation des événements pour chaque classe d'EA et évolution de la contrainte en fonction de la déformation. a) JP\_0 ; JP\_45.

### IV.1.5. Labellisation des classes

Une fois que la signature et l'activité acoustique de chaque classe obtenue en traction monotone est caractérisée, l'étape suivante consiste à attribuer ces classes aux mécanismes d'endommagement correspondants. Toute la méthodologie de labellisation des classes est appliquée sur le composite JP\_0.

#### IV.1.5.1. Essai de traction interrompue

Etant donné que les trois classes obtenues apparaissent à des moments différents au cours de l'essai de traction, trois essais de traction interrompus (figure III.67) ont été réalisés selon la chronologie d'apparition des classes :

- Le premier essai effectué jusqu'à 60 % de  $\sigma_R$ , correspond au moment de l'apparition de la classe 2 (rouge).
- Le deuxième essai effectué jusqu'à 75 % de  $\sigma_R$ , correspond au moment où l'activité de la classe 2 s'accélère (rouge) et à l'apparition de classe 1 (bleu).
- Le troisième essai effectué jusqu'à 95 % de  $\sigma_R$ , correspond à l'accélération des deux classe 2 et 1 et à l'apparition de la classe 3 (verte).

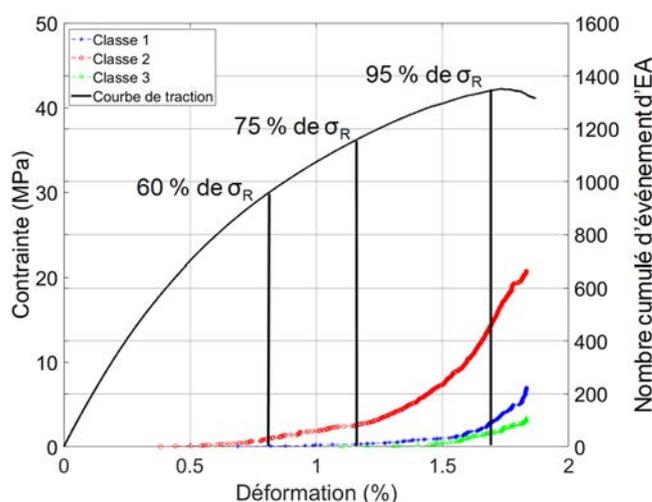


Figure III.67. Niveaux de contraintes des essais de traction interrompue (JP\_0).

Pour chaque essai de traction interrompue, un échantillon a été découpé au milieu de l'éprouvette puis poli. Ensuite, chaque échantillon a été observé au MEB avant d'être scanné au  $\mu$ -tomographe avec une résolution de 6  $\mu\text{m}$ .

Les observations au MEB effectuées sur l'éprouvette testée jusqu'à 60 % de  $\sigma_R$  (correspondant à une contrainte d'environ 27 MPa) indiquent la présence de quelques décohésions faisceaux de fibres/matrice au sein des fils transversaux (figure III.68.a). Les observations au  $\mu$ -tomographe n'ont révélé aucune fissuration matricielle pour ce niveau de contrainte. Concernant les observations réalisées sur l'éprouvette testée jusqu'à 75 % de  $\sigma_R$  (correspondant à une contrainte d'environ 33,7 MPa), on constate un développement des décohésions faisceaux de fibres/matrice (figure III.68.b). Pour ce niveau de contrainte aussi, aucune fissuration matricielle n'est observée au  $\mu$ -tomographe.

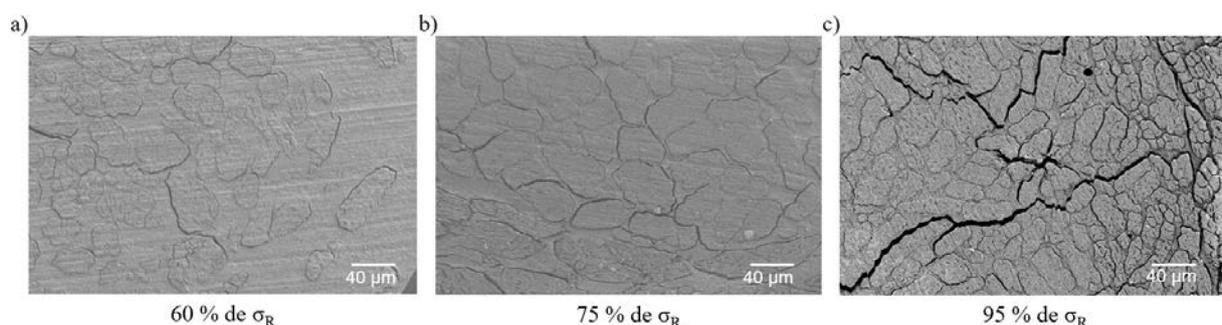


Figure III.68. Images MEB des éprouvettes du composite JP\_0 testées en traction monotone à différents niveaux de chargement. a) 60 % de  $\sigma_R$ ; b) 75 % de  $\sigma_R$ ; c) 95 % de  $\sigma_R$ .

Sur l'image correspondante à l'essai réalisé jusqu'à 95 % de  $\sigma_R$  (correspondant à une contrainte d'environ 41 MPa), on remarque un développement très important et la coalescence des décohésions faisceaux de fibres/matrice qui forment des fissures à l'intérieur des fils transversaux (figure III.68.c). Des décohésions des fibres élémentaires à l'intérieur des faisceaux de fibres sont également observées. Enfin, les observations au  $\mu$ -tomographe pour ce niveau de chargement ont révélé la présence de quelques fissures matricielles transverses qui apparaissent perpendiculairement au sens de chargement (flèches blanches, figure III.69).

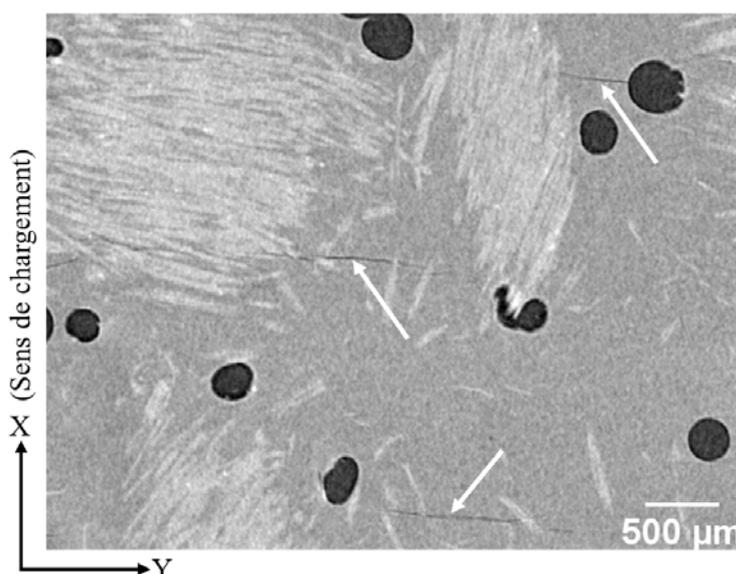


Figure III.69. Micrographie obtenue par  $\mu$ -tomographie RX d'un échantillon d'une éprouvette JP\_0 testée en traction monotone jusqu'à 95 % de  $\sigma_R$  (6  $\mu\text{m}/\text{pixel}$ ). les flèches blanches indiquent des fissures matricielles

#### IV.1.5.2. Essais de traction *in-situ* sous $\mu$ -tomographe

Des essais de traction *in-situ* sous  $\mu$ -tomographe ont été réalisés sur des éprouvettes mono-fil et des éprouvettes du composite JP\_0 (section III.2.2-chapitre II). Ces essais permettent de visualiser le développement de l'endommagement au cours de l'essai de traction.

Tout d'abord des essais de traction sur les petites éprouvettes ont été effectués en dehors du tomographe afin de déterminer les contraintes à rupture de ces dernières. Les courbes mécaniques obtenues pour deux éprouvettes de chaque type de composite sont présentées sur

la figure III.70. On constate que les éprouvettes ont un comportement quasi-linéaire jusqu'à la rupture.

Le module de Young ainsi que la contrainte à rupture des éprouvettes mono-fil sont sensiblement supérieurs à ceux des éprouvettes du composite JP\_0 malgré une fraction volumique de fibres deux fois moins importante dans la direction longitudinale.

Le comportement mécanique des éprouvettes *in-situ* des composite JP\_0 (figure III.70.b) est un peu différent de celui des essais de traction macroscopiques mais la contrainte à rupture reste proche. Cette différence de comportement est peut-être due aux dimensions de l'éprouvette *in-situ*.

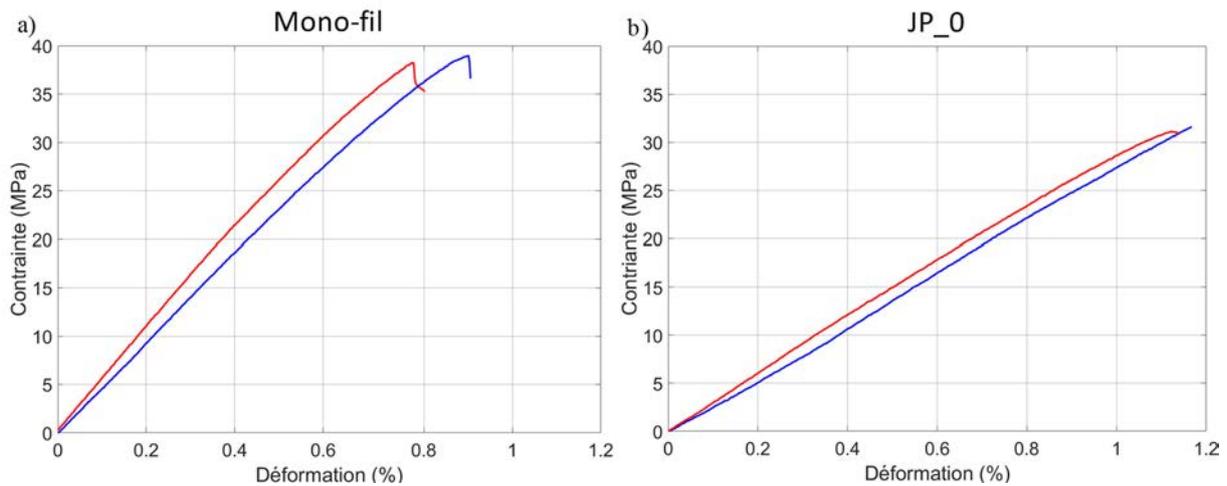


Figure III.70. Courbes de traction obtenues sur les éprouvettes *in-situ*. a) éprouvettes mono-fil, b) composite JP\_0.

Chacun des essais réalisés a conduit à une rupture au milieu de l'éprouvette, ce qui est essentiel pour les scans au  $\mu$ -tomographe car c'est la zone observée pour chaque état de contrainte.

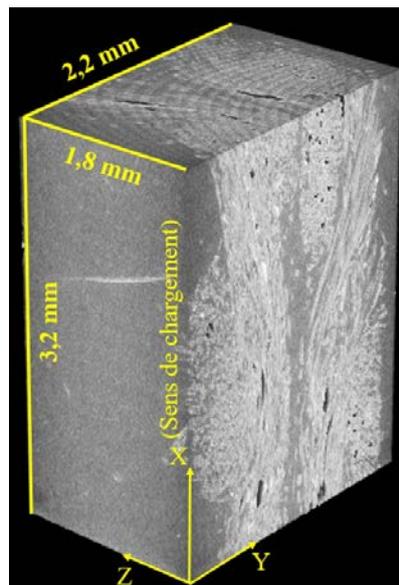
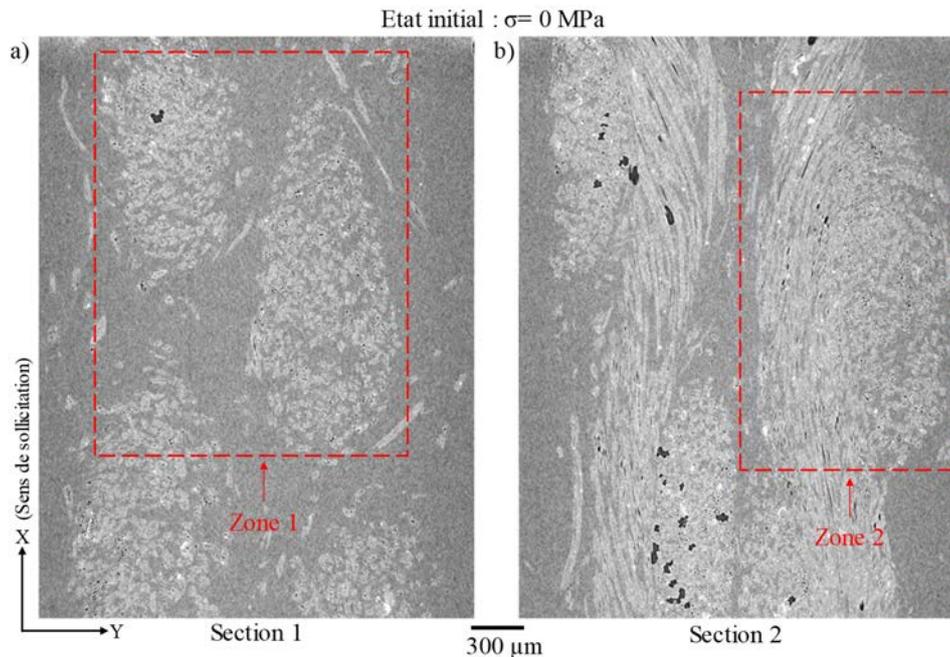


Figure III.71. Reconstruction 3D de la zone scannée lors de la traction *in-situ* sous  $\mu$ -tomographe pour une éprouvette du composite JP\_0.

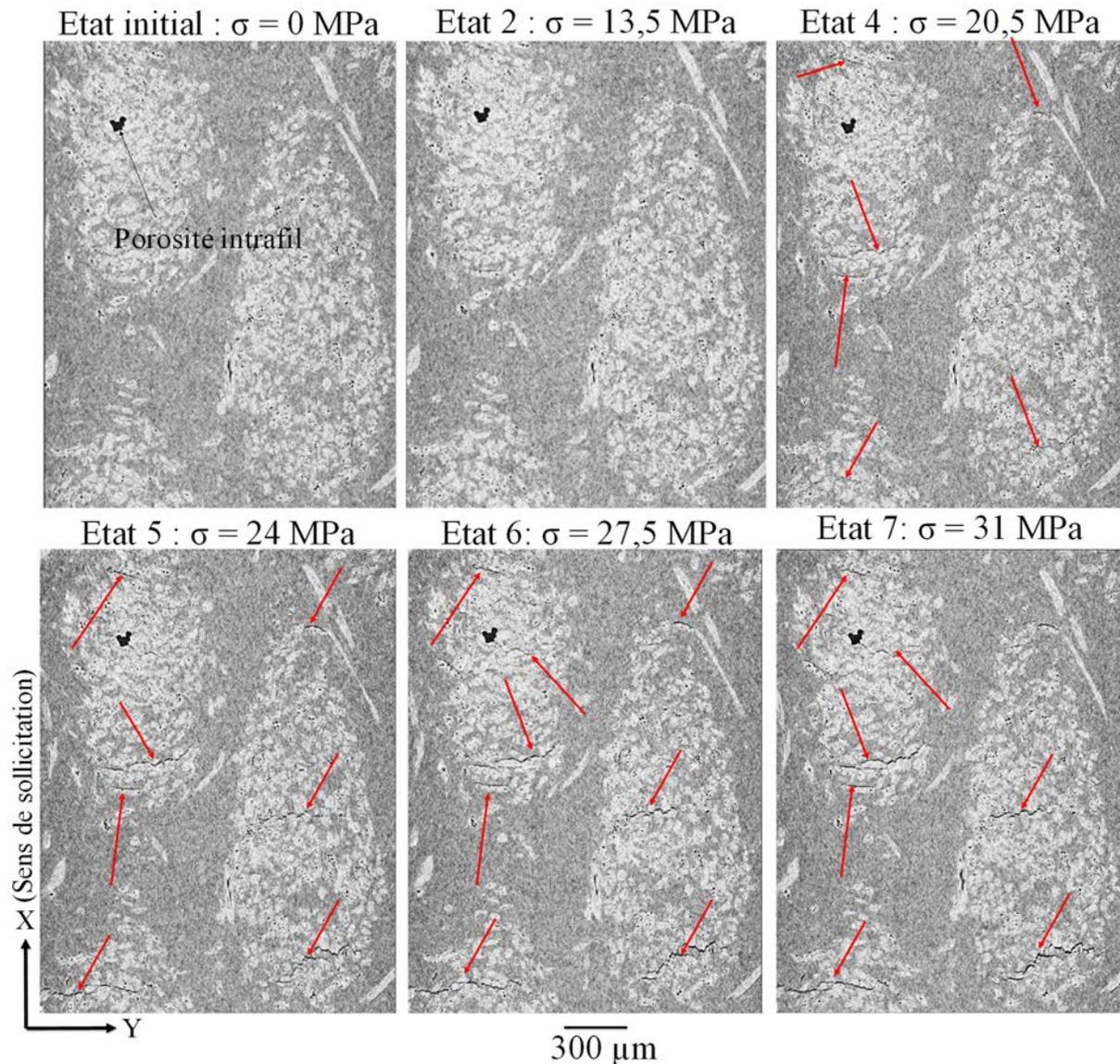
La partie analysée lors des essais *in-situ* du composite JP\_0 est présentée sur la figure III.71. Huit états ont été observés au tomographe lors de l'essai de traction *in-situ*. La contrainte à rupture obtenue est de 31,2 MPa ce qui représente 74 % de la moyenne des contraintes à rupture obtenues sur les éprouvettes macroscopiques en traction. Le premier scan est réalisé à l'état initial. Ensuite, les acquisitions sont effectuées par incrément de 3,5 MPa à partir de 10 MPa. Pour chaque état, deux sections de l'éprouvette sont présentées (figure III.72).



**Figure III.72.** Images obtenues au  $\mu$ -tomographe à l'état initial lors de la traction *in-situ* sur l'éprouvette du composite JP\_0. a) Section 1, b) Section 2.

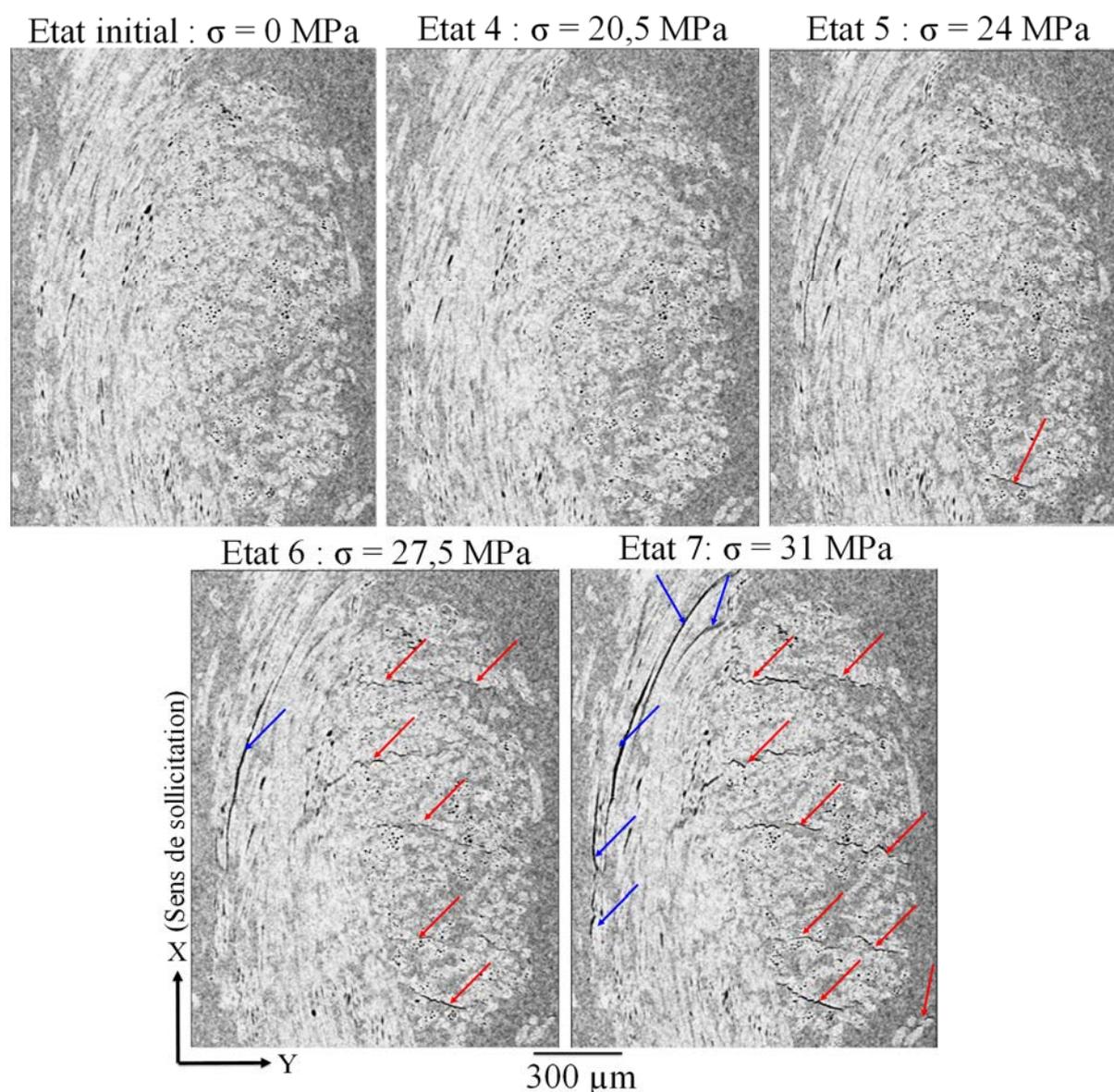
Pour des raisons de visibilité, l'évolution d'une zone pour chaque section est présentée : la zone 1 contient deux fils transversaux et la zone 2 contient un fil transversal et un fil longitudinal (figure III.72).

Les résultats des acquisitions dans le plan (X, Y) pour la zone 1 (figure III.73) mettent en évidence l'apparition des premières décohésions faisceaux de fibres/matrice au sein des fils transversaux (repérées par les flèches rouges) à une contrainte de 20,5 MPa. Avec l'augmentation de la contrainte de chargement, ces décohésions se propagent par coalescence jusqu'à former des fissures dans les fils transversaux perpendiculaires au sens de sollicitation. On remarque que l'amorçage des décohésions ne semble pas avoir de lien avec la présence des porosités intrafil.



**Figure III.73. Evolution de la zone 1 lors d'un essai de traction in-situ sous tomographe sur une éprouvette du composite JP\_0. Visualisation dans le plan (X, Y). Les flèche rouges montrent les décohésions faisceaux de fibres/matrice au sein des fils transversaux.**

Les observations de la zone 2 dans le plan (X, Y) (figure III.74) indiquent en plus de l'apparition des décohésions au sein des fils transversaux, la présence de quelques décohésions faisceaux de fibres/matrice au sein des fils longitudinaux (montrées par les flèches bleues). Ces dernières apparaissent à des contraintes élevées (27,5 MPa). Il est intéressant de noter qu'au-delà de cette contrainte, une accélération de l'évolution du frottement interne est observée ainsi que l'activité acoustique à la phase de décharge.



**Figure III.74.** Evolution de la zone 2 lors d'un essai de traction *in-situ* sous tomographe sur une éprouvette du composite JP\_0. Visualisation dans le plan (X, Y). Les flèche rouges et bleues montrent respectivement les décohésions faisceaux de fibres/matrice au sein des fils transversaux et les décohésions faisceaux de fibres/matrice au sein des fils longitudinaux.

Les images du plan (X, Z) de la zone 1 (figure III.75) montrent que les décohésions à l'intérieur des fils transversaux se propagent sur des longueurs importantes. Arrivées au bout de ce dernier, ces décohésions aboutissent à des décohésions des faisceaux de fibres à l'intérieur du fil longitudinal adjacent (figure III.75, Etat 7).

Enfin, on constate sur les images du plan (Y, Z) de la zone 1 que les décohésions des fibres au sein des fils longitudinaux sont moins marquées que celle développées à l'intérieur des fils transversaux et que ces dernières apparaissent préférentiellement autour des fils (figure III.76).

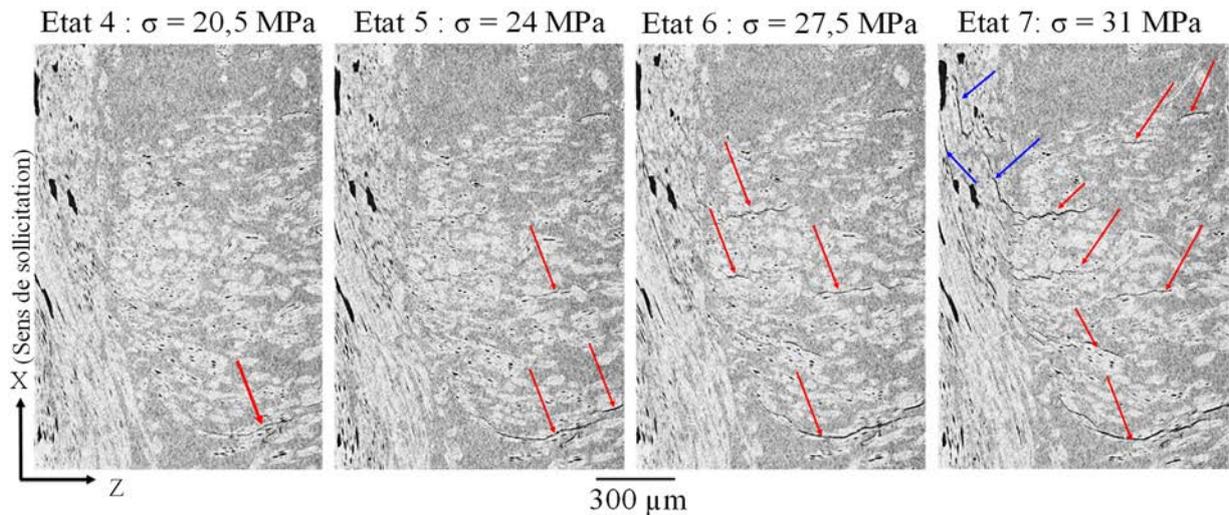


Figure III.75. Evolution de la zone 1 lors d'un essai de traction in-situ sous tomographe sur une éprouvette du composite JP\_0. Visualisation dans le plan (X, Z). Les flèche rouges et bleues montrent respectivement les décohésions faisceaux de fibres/matrice au sein des fils transversaux et les décohésions faisceaux de fibres/matrice au sein des fils longitudinaux.

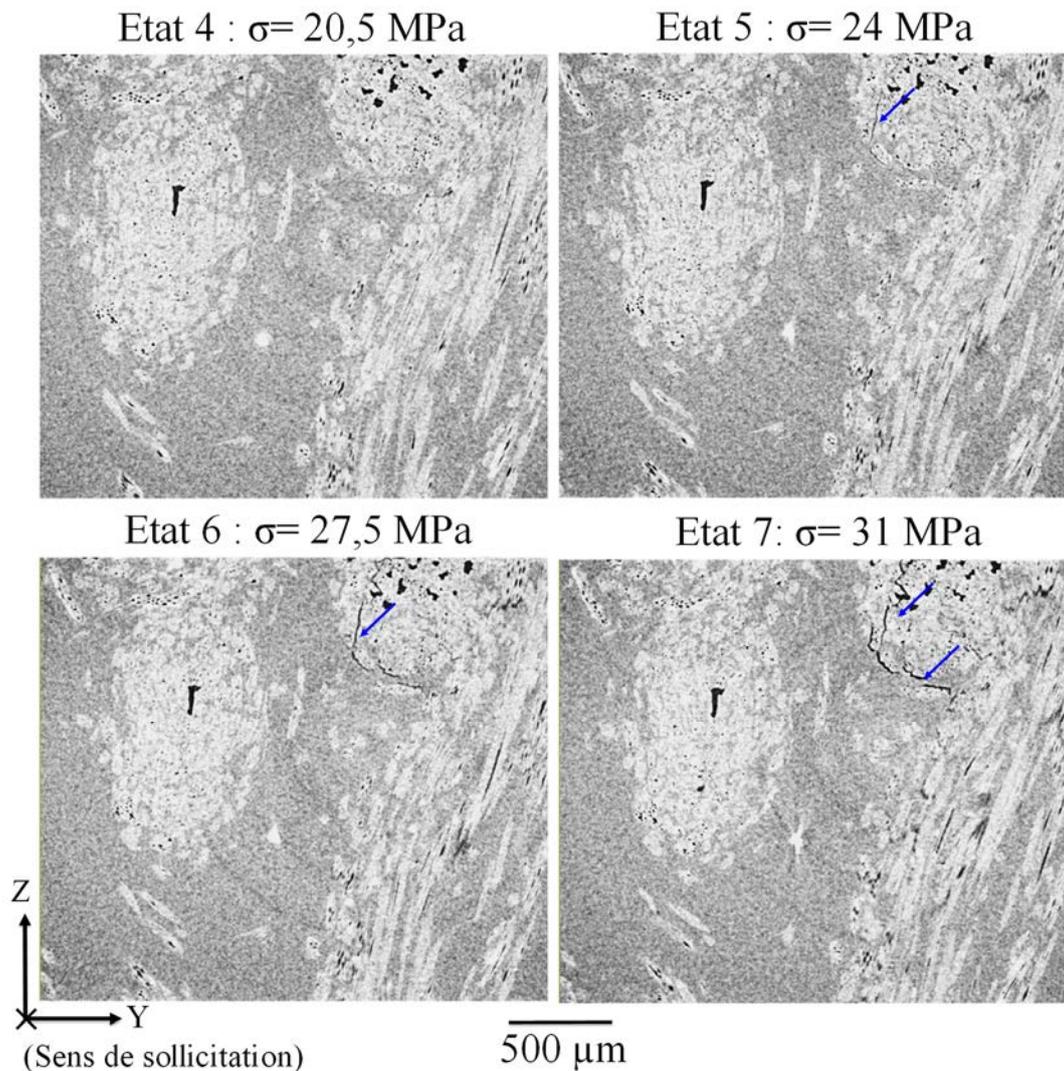


Figure III.76. Evolution de la zone 1 lors d'un essai de traction in-situ sous tomographe sur une éprouvette du composite JP\_0. Visualisation dans le plan (Y, Z). Les flèche bleues montrent les décohésions faisceaux de fibres/matrice au sein des fils longitudinaux.

Aucune fissuration matricielle ni rupture de fibres ne sont détectées sur les images des zones étudiées. Cela est peut-être dû aux dimensions de la zone utile de l'éprouvette. En effet l'épaisseur de l'éprouvette est faible. Les fils de jute occupent une grande partie de l'épaisseur. Lorsque les décohésions au sein des fils transversaux se développent par coalescence, des fissures de longueur importante sont créées. Cependant, la multiplication de ces fissures fragilise l'éprouvette, ce qui entraîne la rupture totale de l'éprouvette lorsque ces dernières se propagent dans la zone riche en matrice.

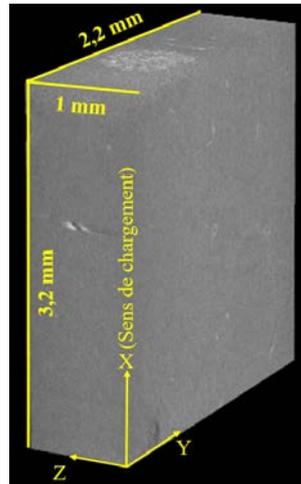
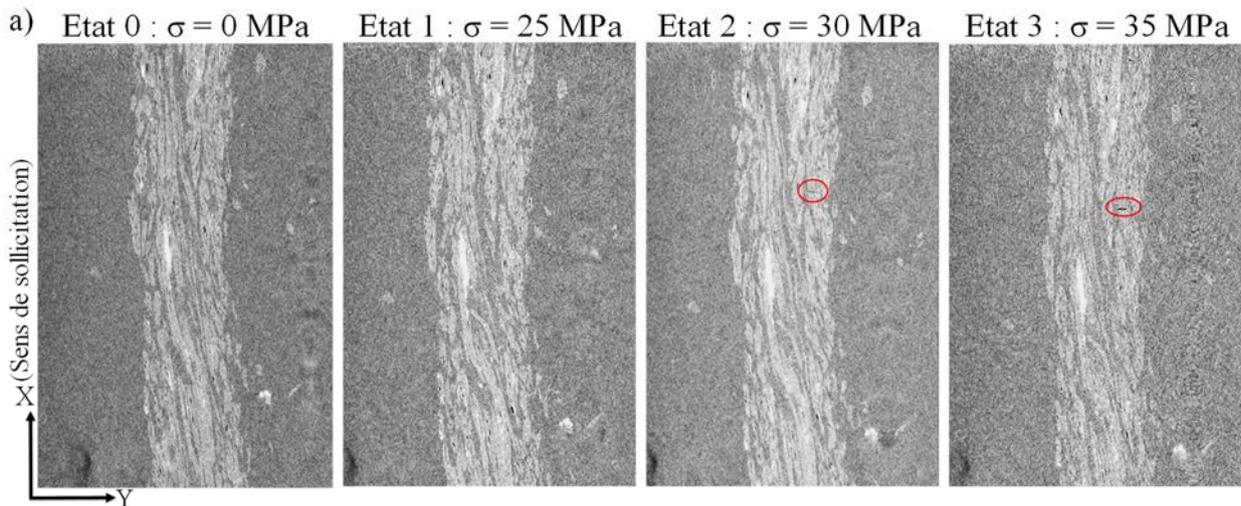
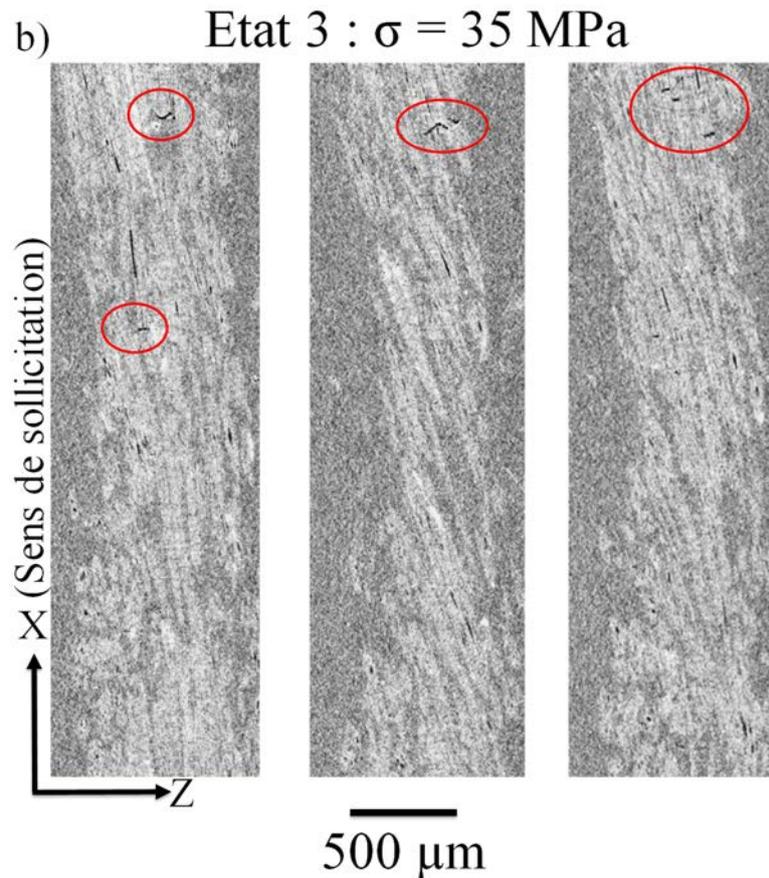


Figure III.77. Reconstruction 3-D de la zone scannée lors de la traction *in-situ* sous  $\mu$ -tomographe pour une éprouvette du composite mono-fil.

Concernant l'éprouvette *in-situ* mono-fil, quatre états ont été observés (un état initial et trois états sous sollicitation mécanique) lors de l'essai de traction *in-situ* sous tomographe. L'intérêt de réaliser cet essai est de pouvoir visualiser des ruptures de fibres.

La figure III.77 présente la reconstruction 3D de la partie analysée. La contrainte à la rupture obtenue pour cet essai est de 38 MPa. Les scans sont réalisés pour des contraintes appliquées de 25 MPa, 30 MPa et 35 MPa.





**Figure III.78.** Images obtenues lors de l'essai de traction *in-situ* sous tomographe sur une éprouvette mono-fil ; a) Visualisation dans le plan (X, Y) des différents états de sollicitation, b) Visualisation dans le plan (X, Z) de différentes sections pour l'état de contrainte de 35 MPa. Les zones enrourées montrent des ruptures de fibres.

Les résultats des analyses mettent en évidence l'observation de la première rupture de fibre à une contrainte de 30 MPa (entouré en rouge sur la figure III.78) sur la partie étudiée. Mais on n'observe leur multiplication qu'au-delà de cette contrainte. La figure III.78.b présente trois images correspondantes à l'état de contrainte de 35 MPa dans le plan (X, Z).

Il est important de noter que la contrainte d'apparition de la première rupture de fibre au sein de l'éprouvette mono-fil est sensiblement similaire à la contrainte à la rupture de l'éprouvette *in-situ* du composite JP\_0. Ce résultat permet d'expliquer la résistance moins élevée des éprouvettes du composite malgré une fraction volumique des fibres deux fois plus importante. En effet, les fissures développées au sein des fils transversaux constituent des défauts à l'intérieur des éprouvettes. Lorsque la contrainte appliquée atteint la valeur de 30 MPa, les fibres longitudinales commencent à se rompre, entraînant ainsi la ruine totale de l'éprouvette.

#### IV.1.5.3. Synthèse de la labellisation

Les observations des échantillons des composites après rupture, les essais de traction avec corrélation d'images, les essais de traction interrompue ainsi que les essais de traction *in-situ* sous  $\mu$ -tomographe permettent de proposer une labellisation des classes d'EA obtenues.

La classe 2 qui contient des signaux de faible amplitude (60 dB) avec le contenu fréquentiel le plus élevé, représente la classe majoritaire (plus marquée pour les composites JP\_45) et s'active très tôt au cours de l'essai. La localisation au cours de l'essai a indiqué que les sources de cette classe sont réparties de manière homogène sur toute la partie utile de l'éprouvette.

Les observations *post-mortem*, ont montré que les décohésions faisceaux de fibres/matrice au sein des fils de jute transversaux représentent le mécanisme d'endommagement prépondérant. De plus, les essais interrompus ainsi que les essais de traction *in-situ* sous tomographe menés sur le composite JP\_0 ont montré que c'est le premier mécanisme qui apparaît lors de la sollicitation mécanique. Ces décohésions s'activent vers une contrainte de 21 MPa. Au-delà de cette contrainte de chargement, ces dernières se propagent par coalescence jusqu'à former une fissure perpendiculaire au sens de sollicitation et traversant tout le fil. Ces fissures se propagent ensuite dans la zone riche en matrice pour fusionner avec les décohésions du fil transversal voisin ou aboutissent à des décohésions des faisceaux de fibres à l'intérieur du fil longitudinal adjacent. Les résidus de corrélation d'images ont également permis de détecter les fissures développées à l'intérieur des fils transversaux pour le composite JP\_0. En outre, les résidus ont confirmé que les fissurations matricielles dans la zone riche en matrice correspondent au prolongement de ces fissures développées au sein des fils transversaux. Pour les composites JP\_45, les endommagements observés sur les résidus de corrélation d'images sont corrélés avec les décohésions fil/matrice. Ainsi, tous ces résultats permettent d'associer les décohésions fibre/matrice à la classe 2.

Concernant la classe 1 dont la proportion varie entre 13 et 19 % selon l'orientation des fibres, elle contient des signaux d'amplitudes similaires à celles de la classe 2 avec un contenu fréquentiel de plus basses fréquences. Elle s'active juste après la classe 2 mais sa cinétique ne s'accélère que vers la fin de l'essai de traction pour les deux orientations. De plus, les événements de cette classe sont localisés préférentiellement dans la zone de rupture des éprouvettes. Les observations au MEB et au MO après rupture ont révélé la présence d'un faible nombre de fissures matricielles transverses. Ce résultat est confirmé ensuite par les observations au  $\mu$ -tomographe après rupture. Les observations au  $\mu$ -tomographe après rupture ont également indiqué que les fissures matricielles transverses sont plus concentrées près de la zone de rupture. Les essais de traction interrompue ainsi que les résidus de corrélation d'images nous ont permis de constater que ces fissures matricielles n'apparaissent que vers la fin l'essai de traction. Sur les résidus de corrélation d'images pour l'éprouvette du composite JP\_0, les fissures matricielles se sont développées entre 40 et 47 MPa. Pour les éprouvettes de composites JP\_45, aucune fissure dans la zone riche en matrice n'a pu être détectée.

Enfin, pour les essais *in-situ*, aucune fissuration matricielle n'a été observée. L'éprouvette a rompu à 31,2 MPa, ce qui correspond à la contrainte à laquelle ces fissures commencent à apparaître. La rupture de l'éprouvette s'est produite au moment où les fissures développées au sein des fils transversaux se sont propagées dans la zone riche en matrice. La corrélation entre les résultats des observations et ceux de l'émission acoustique (chronologie et caractéristiques) nous permettent ainsi d'associer les signaux de classe 1 aux fissures matricielles transverses.

En ce qui concerne la classe 3, elle contient les signaux les plus énergétiques, qui contribuent le plus à l'augmentation de la sévérité acoustique. Elle s'active vers la fin de l'essai, juste avant la rupture pour les composites JP\_45. La localisation a indiqué que plus de 90 % des événements de cette classe (100% pour les composites JP\_45) sont localisés dans la zone de rupture des éprouvettes pour les deux orientations. Les observations au  $\mu$ -tomographe de l'essai de traction *in-situ* effectué sur l'éprouvette mono-fil ont permis d'observer de multiples ruptures de fibres de jute développées vers la fin de l'essai juste avant la rupture de l'éprouvette. La classe 3 est donc associée aux ruptures et aux déchaussements des fibres de jute. L'identification de la signature acoustique des ruptures de fibres *via* les essais de traction sur fil de jute imprégnés suivis par EA est discutée en Annexe 2.

## IV.2. Proposition de scénario d'endommagement en traction monotone

L'ensemble des analyses effectuées lors de cette partie permet de proposer un scénario d'endommagement pour les deux types de composites, sollicités en traction monotone. La figure III.79 illustre l'évolution des paramètres mécaniques obtenus lors des essais de traction cyclée, le rapport Felicity ainsi que la proportion des événements relatif à chaque mécanisme d'endommagement en fonction de la contrainte maximale appliquée. La proportion des mécanismes d'endommagement pour chaque cycle est calculée par rapport au nombre total d'événements relatifs à celui enregistré à la fin de l'essai.

### Composite JP\_0

L'éprouvette subit peu d'endommagement pour une contrainte appliquée inférieure à la limite d'élasticité (phase I). L'effet Kaiser est respecté et les propriétés mécaniques évoluent peu durant cette phase. Au-delà de cette contrainte (phase II), les décohésions fibre/matrice au sein des fils transversaux s'activent accompagnées d'une légère baisse du module élastique sécant et l'apparition de l'effet Felicity. Ces décohésions se propagent par coalescence jusqu'à former une fissure à l'intérieur du fil.

A une contrainte appliquée d'environ 27 MPa (phase III), ces fissures se propagent vers la zone riche en matrice et aboutissent aux décohésions à l'intérieur des fils longitudinaux. L'apparition des décohésions des fibres longitudinales sont clairement visibles sur l'évolution du frottement interne dont l'évolution s'accélère rapidement.

Les fibres longitudinales, qui reprennent plus d'effort suite à la rupture de l'interface avec la matrice, commencent à se rompre progressivement. La multiplication de ces ruptures entraîne la ruine totale de l'éprouvette. La dernière phase est accompagnée par une accélération importante de l'évolution des différents paramètres mécaniques et du RF.

### Composite JP\_45

Au début de l'essai, peu d'endommagement est constaté. Ce dernier s'active par les décohésions fibres/matrice vers une contrainte d'environ 18 MPa. Contrairement au composites JP\_0, ces dernières ne créent pas de fissures à l'intérieur des fils. Les décohésions des fils sont plus marquées. Les fissures matricielles apparaissent à des contraintes plus faibles (21 MPa)

par rapport au composite JP\_0. Cela est lié au fait que la matrice reprend plus d'effort pour cette orientation.

Avec l'augmentation de la contrainte appliquée, les décohésions fil/matrice et les fissurations matricielles se développent rapidement, accompagnées par une évolution rapide des paramètres mécaniques et du RF.

Lorsque les fissures matricielles se propagent sur toute la largeur de l'éprouvette (correspondant à la zone de rupture). L'effort n'est plus supporté que par les fils de jute qui vont rompre tous en même temps et conduire directement à la rupture totale de l'éprouvette. Cela permet d'expliquer la concentration de la totalité des ruptures des fibres dans la zone de rupture de l'éprouvette et l'apparition très tardive de ces dernières lors de l'essai de traction.

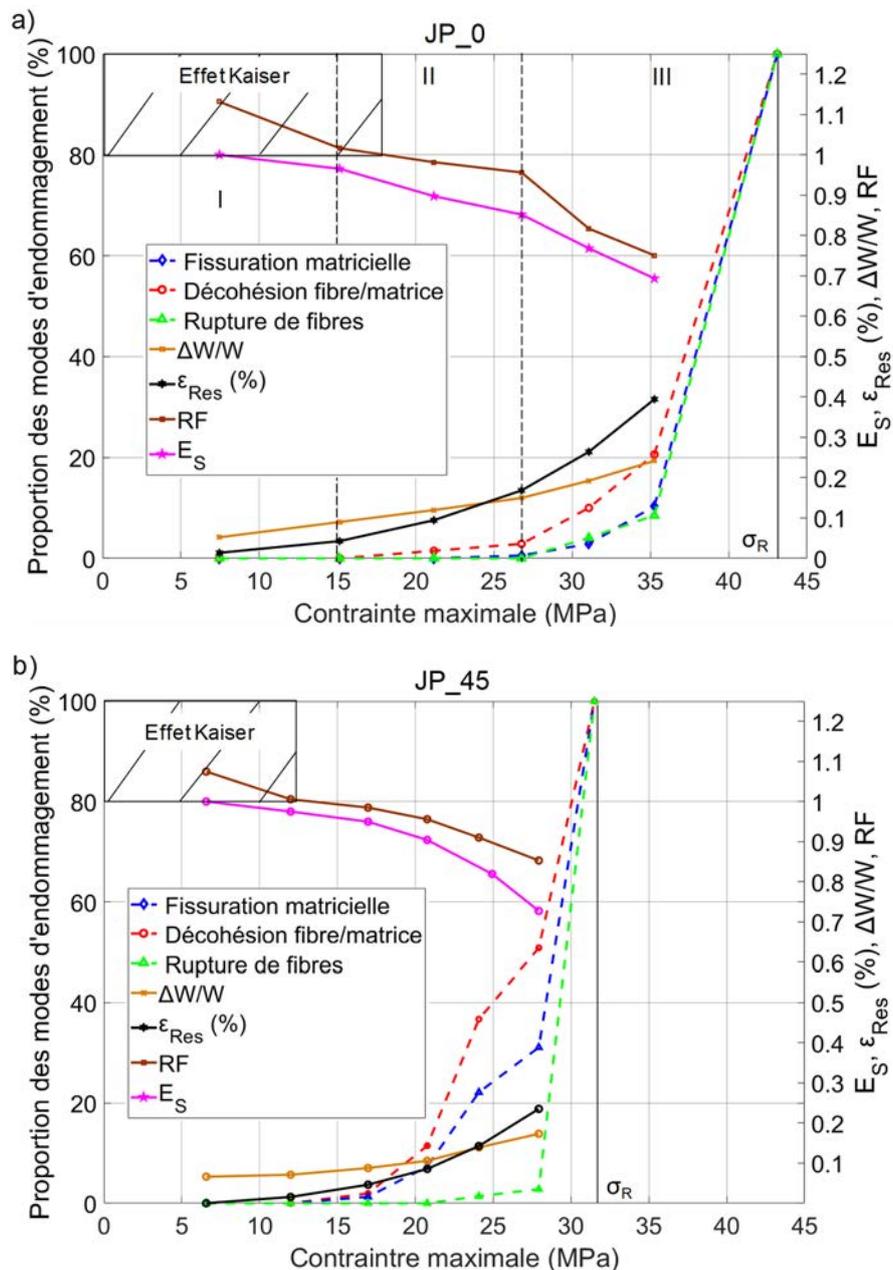


Figure III.79. Evolution de la proportion de chaque mécanisme d'endommagement et des paramètres mécaniques en fonction de la contrainte maximale appliquée pour les essais de traction. a) JP\_0 ; b) JP\_45.

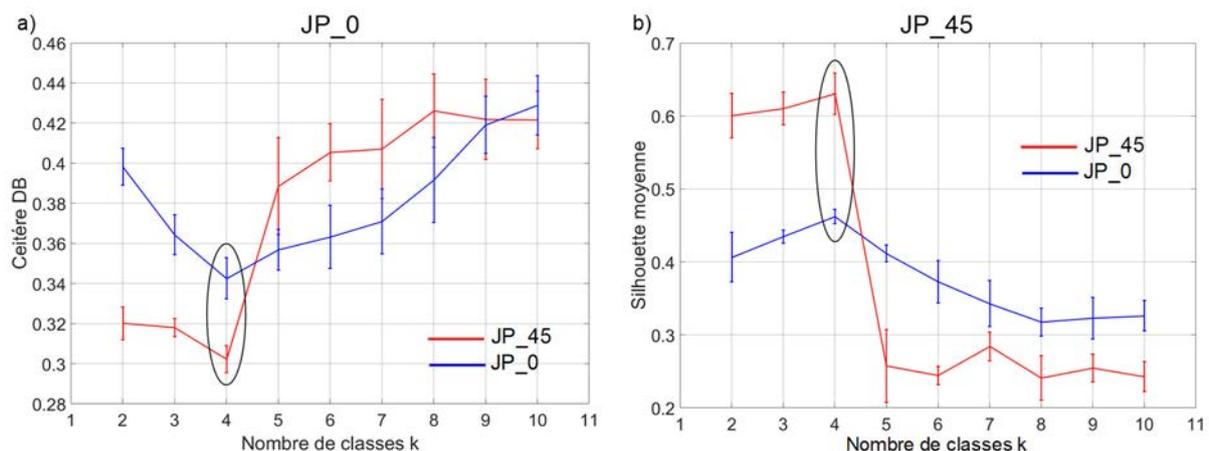
### IV.3. Résultats de la classification non-supervisée en compression monotone

#### IV.3.1. Structuration des données et caractéristiques des classes

La même procédure qu'en traction monotone est utilisée pour sélectionner les descripteurs pour la classification des données d'EA obtenues en compression monotone (cf. Annexe). La combinaison du score Laplacien et du dendrogramme a permis de conserver quatre descripteurs :

- La durée du signal (3)
- La fréquence moyenne (5)
- Le barycentre fréquentiel (22)
- Le pic fréquentiel (23)

Comme pour les essais de traction monotones, les classifications des événements sont réalisées pour un nombre de classes  $k$  allant de 2 jusqu'à 10. La classification est répétée 10 fois pour chaque type de composite pour assurer la fiabilité des résultats.



**Figure III.80. Evolution des critères de segmentation en fonction du nombre de classes pour les essais de compression monotone et pour les deux orientations (valeurs moyennes avec écart type obtenus pour 10 classifications). a) DB ; b) Silhouette globale.**

L'évolution de la valeur du critère DB et de la silhouette globale en fonction du nombre de classes est tracée sur la figure III.80. Les deux critères suggèrent une solution à quatre classes pour les deux orientations. La structuration des données dans le plan amplitude-barycentre fréquentiel est présentée sur la figure III.81.

On constate que la répartition des classes 1, 2 et 3 dans le diagramme amplitude-barycentre fréquentiel est similaire à celle obtenue pour les essais de traction monotone (figure III.61). Cependant, le barycentre fréquentiel des classes est décalé vers les plus hautes fréquences. Cela peut être expliqué par l'effet de la propagation. En effet, la distance entre capteurs pour les essais de compression est deux fois plus petite qu'en traction (70 mm pour les essais de traction et 30 mm pour les essais de compression). Ainsi, les signaux subissent moins d'atténuation [228].

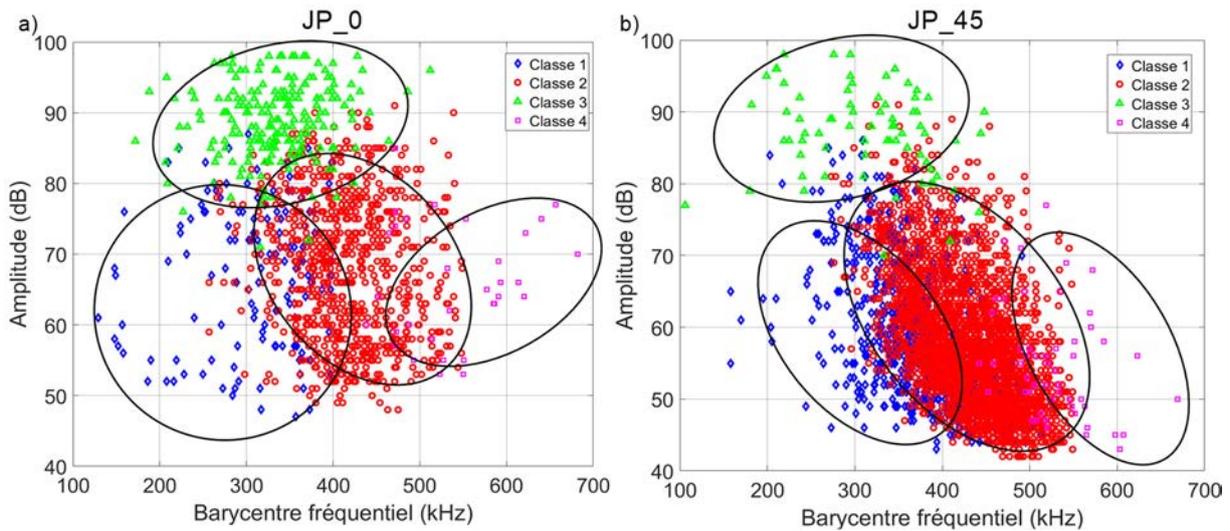


Figure III.81. Répartition des trois classes dans le plan amplitude-barycentre fréquentiel pour un essai de compression monotone. a) JP\_0 ; b) JP\_45

Les caractéristiques des quatre classes d’EA obtenues en compression sont tracées pour les mêmes descripteurs qu’en traction monotone (figure III.82).

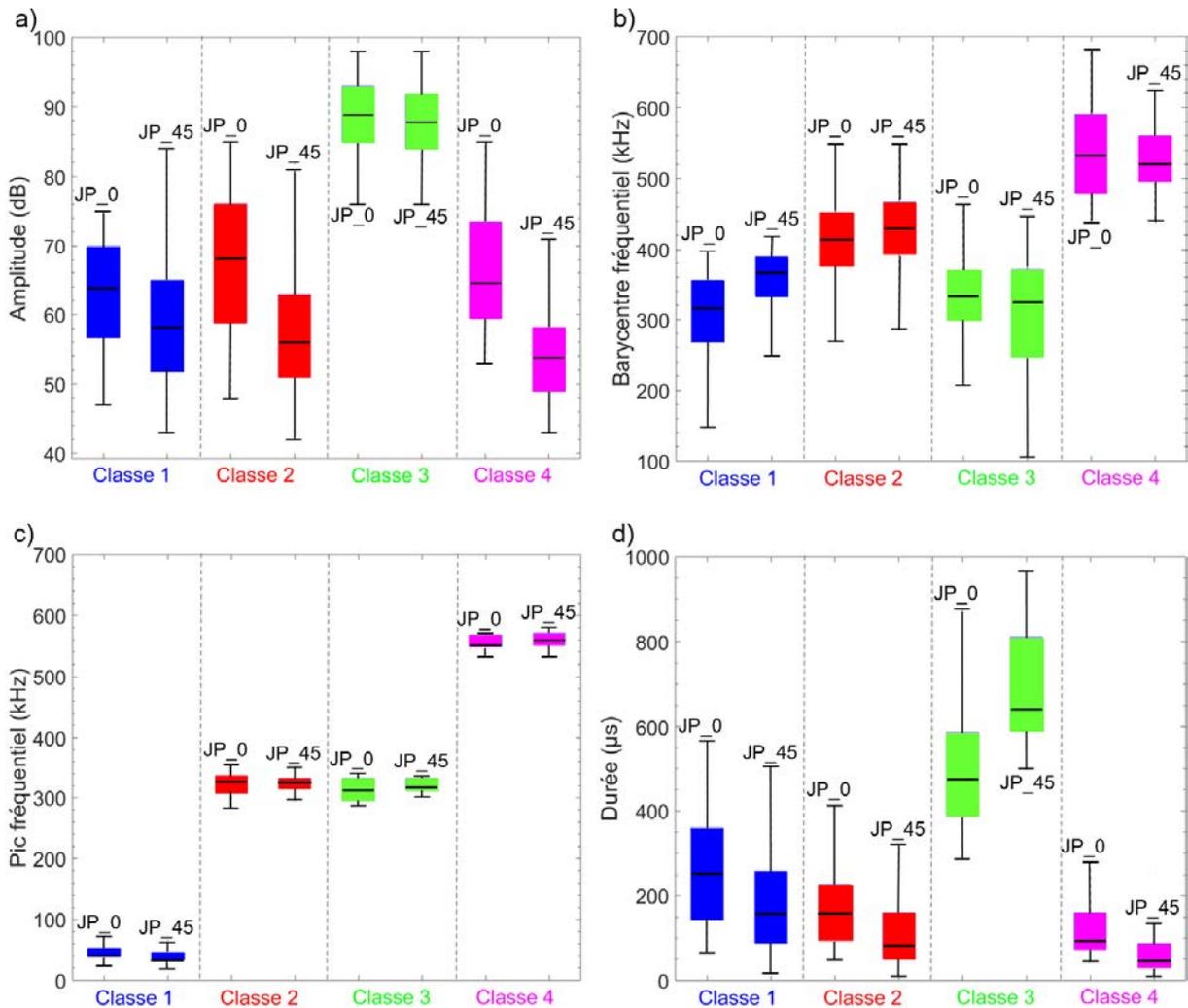


Figure III.82. Boîte à moustache représentant les différents descripteurs en compression monotone. a) Amplitude, b) Barycentre fréquentiel, c) Pic fréquentiel, d) Durée.

Les classes 1, 2 et 3 présentent des caractéristiques similaires avec celles obtenues en traction monotone. En ce qui concerne la classe 4 (violet), elle présente des caractéristiques temporelles similaires à celles de la classe 1 et 2. En revanche, les signaux de cette classe ont un contenu fréquentiel très élevé (un pic fréquentiel d'environ 570 kHz et un barycentre fréquentiel vers les 520 kHz). La signature acoustique de cette classe est présentée sur la figure III.83.

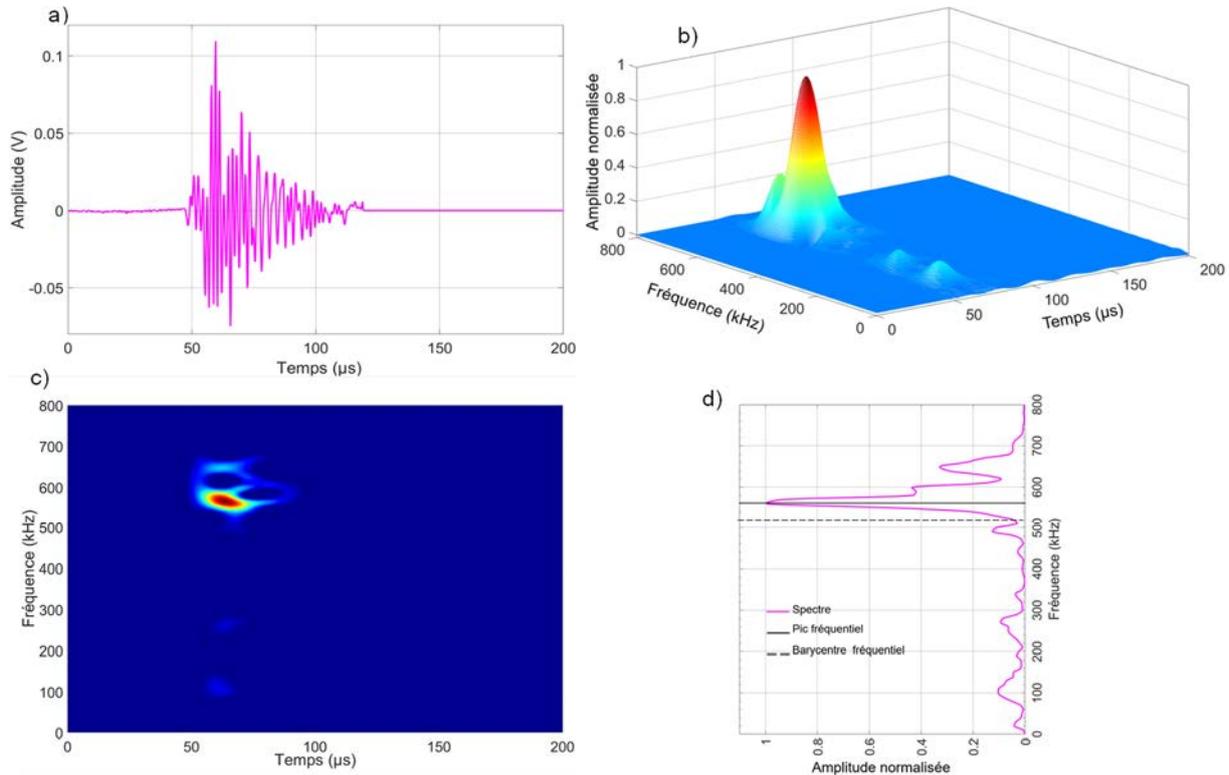


Figure III.83. Signature acoustique de la classe 4. a) Représentation temporelle, b) temps-fréquence-amplitude, c) temps-fréquence, d) fréquentiel. La forme d'onde est localisée à 10 mm du capteur 1.

#### IV.3.2. Labellisation des classes en compression monotone

Dans la section précédente, il a été montré que les classes 1, 2 et 3 obtenues en compression monotone sont similaires à celles obtenues en traction monotone. D'autre part, les observations *post-mortem* au MEB et au  $\mu$ -tomographe des échantillons sollicités en compression monotone ont mis en évidence la présence de multiples décohésions fibre/matrice, de quelques fissures matricielles transverses (présentes vers la zone de rupture) et des ruptures de fibres pour les deux orientations.

Pour les composites JP\_0, on a constaté que ces décohésions se sont plus développées au sein des fils longitudinaux. Quelques décohésions à l'intérieur des fils transversaux sont également observées, mais moins nombreuses qu'en traction. Les fissures matricielles transverses sont observées à proximité de la zone de rupture (facès de rupture).

Pour les composites JP\_45, les images ont montré de nombreuses décohésions fil/matrice. Comme pour les composites JP\_0, peu de fissures matricielles sont observées, ces dernières sont aussi présentes près de la zone de rupture.

Ainsi, la même labellisation des classes 1, 2 et 3 que celle établie en traction monotone est adoptée pour les essais de compression monotone : la classe 1 est assignée aux fissurations matricielles transverses, la classe 2 aux décohésions fibre/matrice et la classe 3 aux ruptures et déchaussements des fibres.

Concernant la classe 4 qui contient des signaux de très hautes fréquences et d’amplitudes similaires à celles des classes 1 et 2, elle apparaît lorsque la contrainte de chargement atteint son maximum correspondant au développement du délaminage. De plus, les événements de cette classe sont majoritairement localisés dans la zone délaminée pour les deux orientations (figure III.84). Cela nous permet d’associer cette classe au délaminage entre les plis.

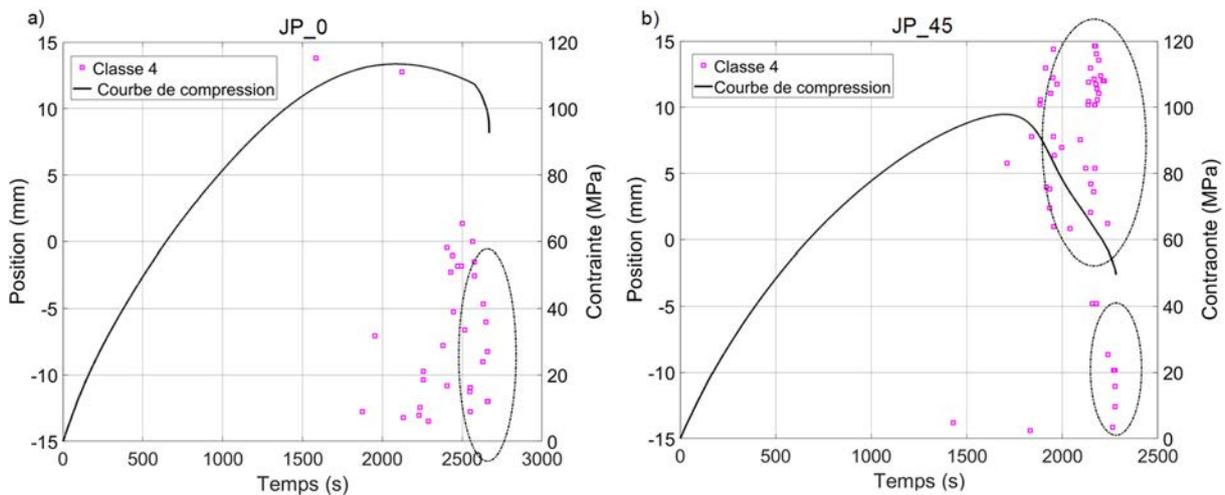


Figure III.84. Evolution de la contrainte et localisation des signaux de la classe 4 en fonction du temps pour un un essai de compression monotone. a) JP\_0 ; JP\_45.

#### IV.4. Proposition de scénario d’endommagement en compression monotone

Les figures III.85 et III.86 présentent respectivement la cinétique d’évolution des mécanismes d’endommagement et la localisation des mécanismes d’endommagement en fonction du temps pour les deux orientations.

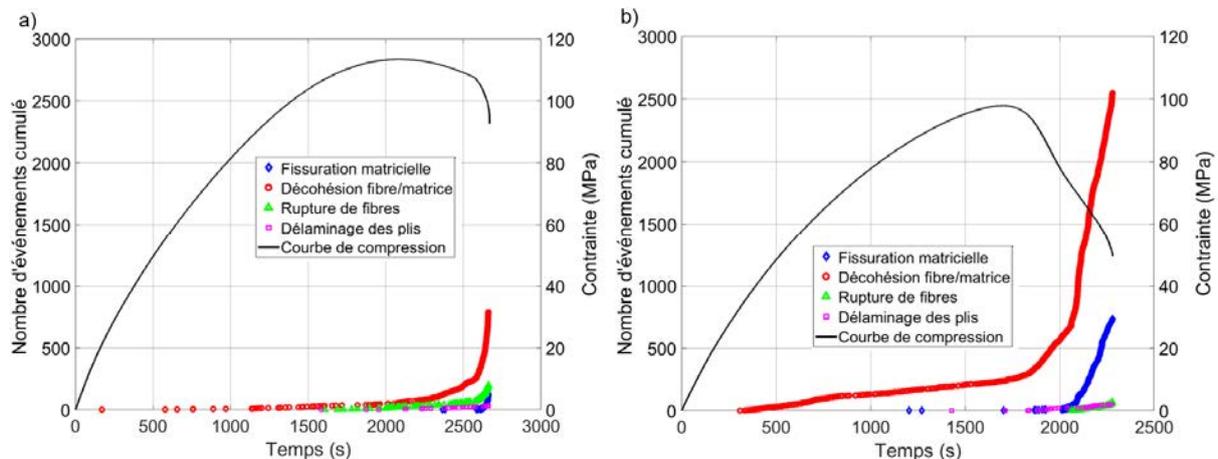
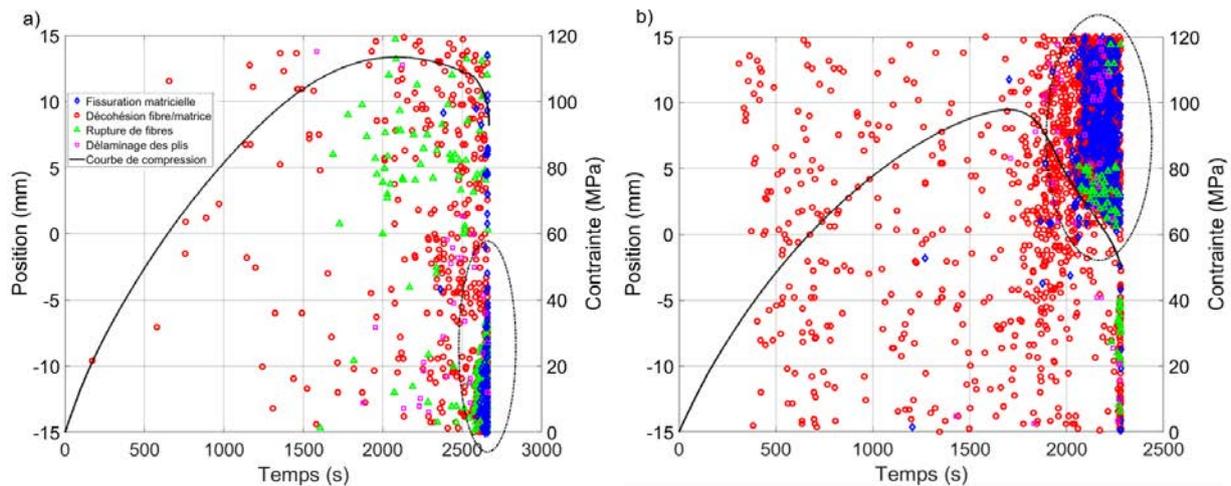


Figure III.85. Evolution de la contrainte et du nombre cumulé d'événements pour chaque mécanismes d'endommagement en fonction du temps pour un essai de compression monotone. a) JP\_0 ; b) JP\_45.



**Figure III.86.** Evolution de la contrainte et localisation des événements pour chaque classe en fonction du temps pour un essai de compression monotone. a) JP\_0 ; JP\_45.

Pour les deux types de composites, des tendances similaires peuvent être observées dans l'évolution des activités acoustiques (figure III.85.a et III.85.b) des différents mécanismes d'endommagement.

Les décohésions fibre/matrice représentant le mécanisme prépondérant, se développent tôt au cours de l'essai. Leur nombre évolue progressivement en fonction de la contrainte de chargement. Elles sont observées sur toute la longueur utile de l'éprouvette. Pour les composites JP\_0, elles se développent le plus au sein des fils longitudinaux formant des fissures à l'intérieur de celui-ci. Cela est relié au flambage et à l'effet de Poisson des fils de jute.

Lorsque la contrainte atteint son maximum, les décohésions fibre/matrice se développent rapidement pour les deux orientations et les plis commencent à délaminer entre eux. L'apparition du délaminage est suivie par le développement des fissurations matricielles. Ces dernières sont localisées majoritairement dans les zones délaminées (figure III.86) pour les deux orientations et leur cinétique d'évolution s'accélère juste avant la rupture. En effet, lorsque les éprouvettes sont sollicitées en compression, les fissures ont tendance à se refermer. Ainsi, les fissurations matricielles transverses ne peuvent pas se développer. Lorsque le délaminage des plis apparaît, les fissures se développent et se propagent dans la zone riche en matrice avant la ruine totale de l'éprouvette.

En ce qui concerne les ruptures de fibres, elles s'activent juste avant que la contrainte atteigne son maximum pour les composites JP\_0 et au moment du développement du délaminage. Leur nombre augmente progressivement avant de s'accélérer vers la fin de l'essai.

Pour les composites JP\_45, le délaminage entre les plis est plus marqué et les ruptures de fibres se produisent à la fin de l'essai juste avant la ruine totale de l'éprouvette. La plus grande partie des événements relatifs aux ruptures de fibres sont localisés dans la zone de rupture des éprouvettes pour les deux orientations.

Il est important de noter que la plus grande partie de l'endommagement se développe vers la fin de l'essai. Cependant les paramètres mécaniques évoluent d'une manière importante lors des cycles charge-décharge (figure III.87). Cela est probablement lié au développement du flambage des fibres.

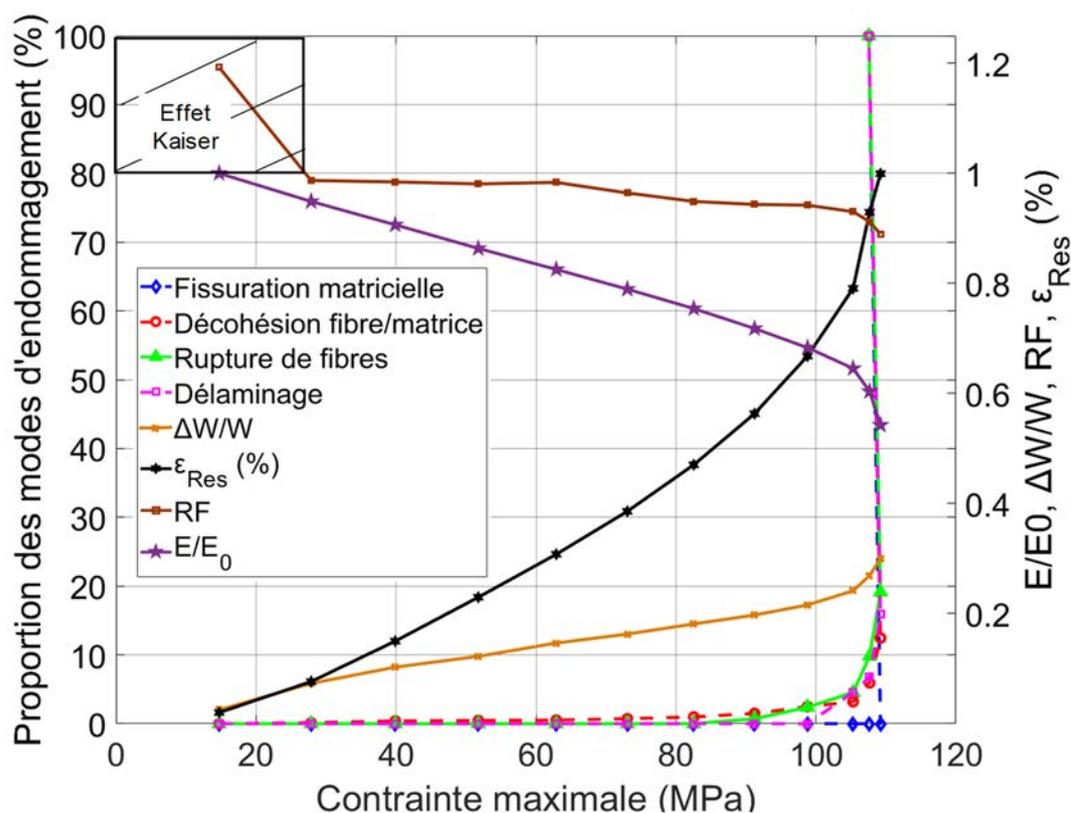


Figure III.87. Evolution de la proportion de chaque mécanisme d'endommagement et des paramètres mécaniques en fonction de la contrainte maximale appliquée lors un essai de compression (JP\_0).

## V. Conclusion du chapitre III

L'objectif de ce chapitre est de caractériser l'endommagement d'un composite tissé jute polyester sollicité en traction et en compression monotones. Deux orientations ont été considérées :  $[0]_8$  (JP\_0) et  $[+45/-45]_{2S}$  (JP\_45).

Pour réaliser cette étude, cinq techniques complémentaires ont été utilisées. Tout d'abord, l'étude de l'évolution des paramètres mécaniques (module élastique sécant, frottement interne et déformation résiduelles) réalisée *via* des essais cyclés et accompagnée par l'analyse globale de l'activité acoustique a été abordée. Cette partie a permis d'identifier des phases d'évolution de l'endommagement des composites sollicités en traction. En compression, la plus grande partie de l'endommagement apparaît à la fin de l'essai. La non-linéarité du comportement pourrait être liée à la présence du phénomène de flambage des fibres.

La seconde étape, consacrée à l'étude de l'endommagement après rupture *via* des techniques d'observations microstructurales (microscopie et  $\mu$ -tomographie) a permis de caractériser les différents mécanismes d'endommagement qui interviennent lors de la sollicitation mécanique des composites. Trois mécanismes d'endommagement sont détectés en traction : décohésion fibre/matrice (mécanisme prépondérant), fissuration matricielle et rupture des fibres. Les fibres rompues présentent des surfaces lisses et un déchaussement important témoignant d'une faible interface fibre/matrice. Pour les essais de compression, le délaminage est observé en plus des trois autres mécanismes d'endommagement.

La troisième étape concernant l'étude des résultats de corrélation d'images 2D a permis d'identifier une chronologie du développement de l'endommagement sur la surface des éprouvettes. Pour les deux orientations, les décohésions fibre/matrice sont détectées en premier. Elles correspondent aux fissures développées au sein des fils transversaux pour les composites JP\_0. Pour les composites JP\_45, c'est plutôt les décohésions fil/matrice qui sont observées. Les fissures matricielles sont peu nombreuses et sont observées vers la fin de l'essai de traction.

La dernière partie de cette investigation porte sur l'identification de la chronologie des modes d'endommagement par émission acoustique. Une méthodologie de classification non-supervisée a été utilisée pour la segmentation des signaux. L'utilisation du score Laplacien avec l'analyse de corrélation entre les descripteurs a permis de conserver les descripteurs pertinents pour la classification. Trois classes de signaux d'EA sont observées pour les essais de traction et quatre pour les essais de compression. La signature acoustique de chaque classe est identifiée. Afin d'associer chaque classe au mécanisme d'endommagement correspondant, les résultats obtenus par observations *post-mortem* et sur les résidus de corrélations d'images sont utilisés en plus de ceux des essais de traction interrompus et des essais de traction *in-situ* sous tomographe.

Enfin, toutes ces analyses ont permis de proposer un scénario d'endommagement pour les deux types de sollicitation et pour chaque orientation.



---

# Chapitre IV

## Caractérisation du composite en fatigue cyclique

<b>I.</b>	<b>DIAGRAMME DE DUREE DE VIE EN FATIGUE .....</b>	<b>163</b>
<b>II.</b>	<b>ANALYSE DE L'ENDOMMAGEMENT EN FATIGUE CYCLIQUE.....</b>	<b>165</b>
II.1.	EVOLUTION DES PARAMETRES MECANIQUES.....	165
II.2.	ANALYSE DE L'ENDOMMAGEMENT PAR $\mu$ -TOMOGRAPHIE RX APRES RUPTURE EN FATIGUE.. .....	167
II.3.	SUIVI DE L'ENDOMMAGEMENT DES COMPOSITES EN FATIGUE .....	173
II.3.1.	<i>Corrélation d'images.....</i>	<i>173</i>
II.3.2.	<i><math>\mu</math>-tomographie RX.....</i>	<i>177</i>
II.3.3.	<i>Emission acoustique .....</i>	<i>180</i>
II.4.	IDENTIFICATION DE LA CINETIQUE D'EVOLUTION DES MODES D'ENDOMMAGEMENT PAR EA .....	184
II.4.1.	<i>Classification supervisée .....</i>	<i>184</i>
II.4.2.	<i>Relation entre l'évolution des paramètres mécaniques et celle des modes d'endommagement.....</i>	<i>187</i>
<b>III.</b>	<b>SCENARIO D'ENDOMMAGEMENT DES COMPOSITES EN FATIGUECYCLIQUE .....</b>	<b>190</b>
III.1.	COMPOSITE JP_0.....	190
III.2.	COMPOSITE JP_45.....	194
<b>IV.</b>	<b>CONCLUSION DU CHAPITRE IV .....</b>	<b>198</b>

Ce dernier chapitre est consacré à la caractérisation du comportement mécanique et de l'endommagement d'un composite tissé jute/polyester en fatigue cyclique. L'objectif principal étant d'établir un scénario d'endommagement pour les deux orientations étudiées ( $[0]_8$  et  $[+45/-45]_{2S}$ ), des essais de fatigue de type traction-traction ( $R = 0,01$  et  $f = 1$  Hz) ont été effectués à quatre niveaux de contraintes (50 %, 60%, 70% et 80% de la contrainte à la rupture  $\sigma_R$ ). Le diagramme de durée de vie est tout d'abord établi en utilisant une loi de puissance. L'analyse de l'endommagement se base sur l'utilisation de quatre techniques de caractérisation :

- La mesure des différents paramètres mécaniques pour chaque cycle de fatigue : cette approche nous permet de caractériser les différentes phases d'évolution de l'endommagement des éprouvettes. En outre, elle nous permet de comparer le taux d'endommagement pour les différents niveaux de contraintes et pour les deux orientations.

- La micro-tomographie aux rayons X : elle est utilisée pour visualiser l'endommagement dans le volume et pour caractériser la densité de fissures matricielles après rupture des échantillons sollicités à différents niveaux de contraintes. Une campagne d'essais de fatigue interrompus accompagnés par des observations tomographiques est également proposée pour établir l'évolution de la densité de fissures matricielles en fonction du nombre de cycles des éprouvettes sollicitée à 60 % de  $\sigma_R$ .

- Les résidus de corrélation d'images 2D : ils permettent de suivre le développement des fissures matricielles ainsi que le développement des fissures à l'intérieur des fils transversaux sur la surface des éprouvettes lors des essais de fatigue. Le suivi de l'endommagement est effectué sur la face et sur la tranche des éprouvettes.

- L'émission acoustique : elle permet de caractériser la chronologie d'évolution des différents mécanismes d'endommagement pour chaque niveau de contrainte et pour les deux orientations. Une méthodologie de classification supervisée basée sur les résultats de la traction monotone est utilisée pour labelliser les signaux obtenus en fatigue.

Enfin, des scénarios d'endommagement basés sur l'ensemble de ces analyses sont proposés pour chaque niveau de contrainte et pour les deux orientations.

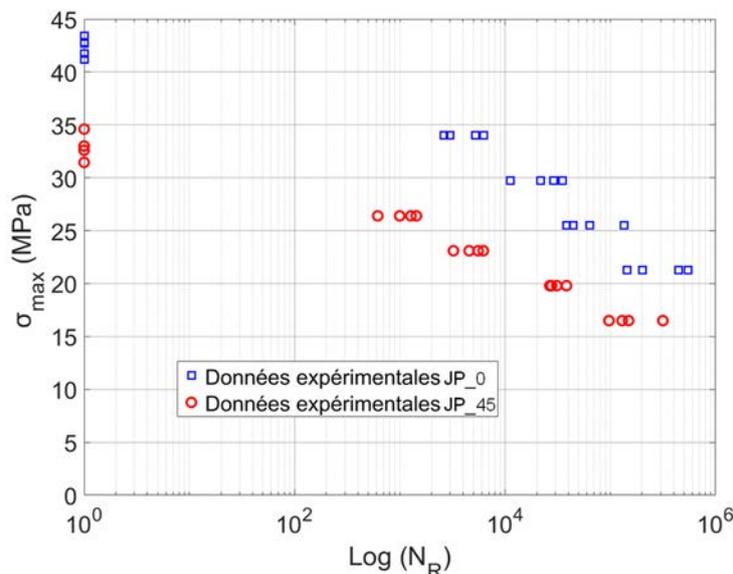
### I. Diagramme de durée de vie en fatigue

L'un des principaux objectifs de cette étude est la caractérisation du comportement en fatigue cyclique du composite tissé jute/polyester.

Les durées de vie moyennes des éprouvettes en fonction du niveau de contrainte sont résumées dans le tableau IV.1. Tous les essais ont été conduits jusqu'à rupture. Le diagramme de Wöhler pour les deux orientations est présenté sur la figure IV.1. Dans ce diagramme, la contrainte maximale appliquée en fonction du logarithme de la durée de vie est tracée.

**Tableau IV.1. Durées de vie moyennes des composites jute/polyester sollicités en fatigue cyclique ( $R = 0,01 ; f = 1\text{Hz}$ ). Ecart type entre parenthèses.**

	80 % $\sigma_R$	70 % $\sigma_R$	60 % $\sigma_R$	50 % $\sigma_R$
$N_R$ (JP_0)	4 292 (1 530)	24 294 (8 856)	70 121 (26 732)	343 540 (128 856)
$N_R$ (JP_45)	1 079 (310)	4 877 (1 118)	30 852 (4 554)	172 591 (84 442)



**Figure IV.1. Diagramme de Wöhler du composite jute/polyester en fonction de l'orientation des plis. ( $R = 0,01 ; f = 1\text{Hz}$ ).**

Le nombre de cycles à rupture présente une forte dispersion pour chaque niveau de contrainte appliqué et pour les deux orientations. Cette dispersion est probablement due à la dispersion liée aux essais de fatigue conjuguée à celle caractéristique des propriétés des fibres de jute.

Afin d'analyser le comportement en fatigue de ces composites, le modèle de D'Amore *et al.* [121] (section III.4-Chapitre I) est utilisé. On rappelle que le nombre de cycles à rupture est donné par l'équation :

$$N_R = \left[ 1 + \frac{1}{\alpha(1-R)} \left( \frac{\sigma_R}{\sigma_{max}} - 1 \right) \right]^{\frac{1}{\beta}} \tag{Equation IV.1}$$

où : R représente le rapport de charge,  $\sigma_R$  la contrainte à rupture en traction du composite,  $\alpha$  et  $\beta$  sont des paramètres liés au composite étudié. Pour chaque composite, les paramètres du

modèle ( $\alpha$  et  $\beta$ ) ainsi que l'indice de confiance ( $R^2$ ) ont été déterminés (cf section III.4-Chapitre I).

Les droites obtenues pour les deux séquences d'empilement sont présentées sur la figure IV.2, avec  $D = \left(\frac{\sigma_R}{\sigma_{max}} - 1\right) \left(\frac{1}{1-R}\right)$  et  $V = \alpha(N^\beta - 1)$ . Les valeurs obtenues sont représentées sur la figure IV.2.

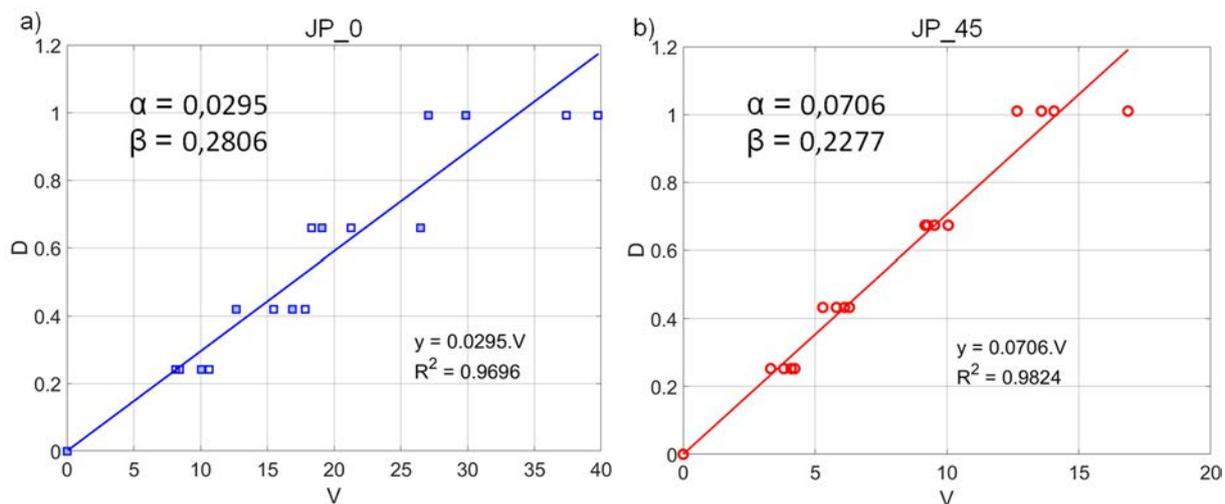


Figure IV.2. Détermination des paramètres  $\alpha$  et  $\beta$  pour le composite jute/polyester ; a) JP\_0 ; b) JP\_45. ( $D = \left(\frac{\sigma_R}{\sigma_{max}} - 1\right) \left(\frac{1}{1-R}\right)$  ;  $V = \alpha(N^\beta - 1)$ ).

La figure IV.3 présente les diagrammes de durée de vie pour chaque type de composite. Le modèle de D'Amore est représenté par les lignes continues et les données expérimentales par les carrés bleus et les ronds rouges.

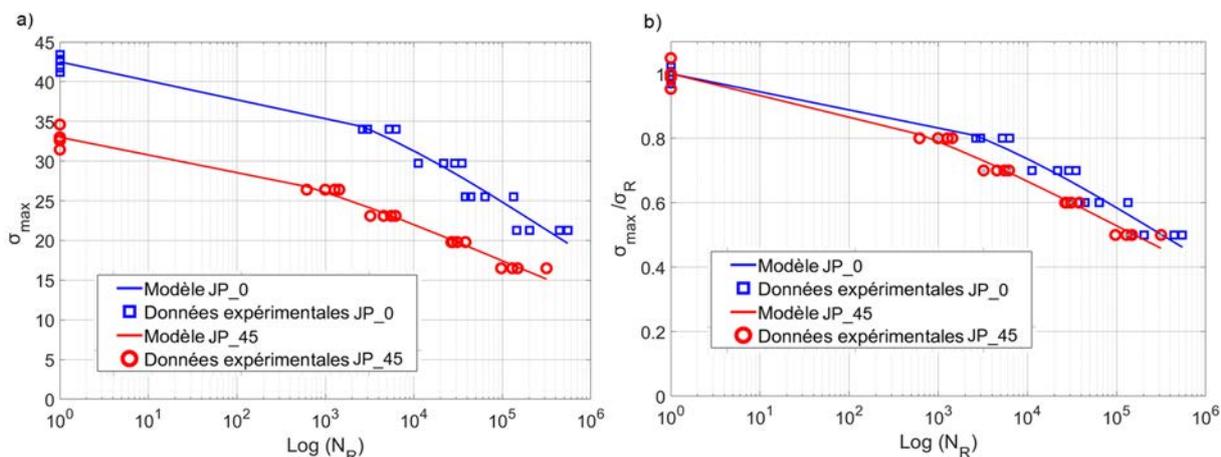


Figure IV.3. Diagramme de durée de vie (S-N) par le modèle de D'Amore établi pour les deux orientations ; a) contrainte maximale en fonction du log (nombre de cycles à rupture), b) Contrainte normalisée par la contrainte à rupture en fonction du log (nombre de cycles à rupture).

La figure IV.3 indique que le modèle de D'Amore représente bien les résultats expérimentaux avec un indice de confiance de 0,969 pour les composites JP\_0 et de 0,982 pour les composites JP\_45. Ce modèle permet de comparer le comportement en fatigue pour les deux orientations. Lorsque les contraintes sont adimensionnées par rapport à la contrainte à rupture

des essais de traction monotone (figure IV.3.b), on remarque que les deux composites présentent une cinétique de dégradation similaire. Cependant, les composites JP\_0 présentent une résistance relative en fatigue plus élevée.

## II. Analyse de l'endommagement en fatigue cyclique

### II.1. Evolution des paramètres mécaniques

Lors des essais de fatigue, quatre paramètres mécaniques caractéristiques de la forme des boucles d'hystérésis et similaires à ceux étudiés pour les essais cyclés (cf section III.5-Chapitre I) ont été déterminés à chaque cycle. Il s'agit du module élastique sécant  $E_s$ , la déformation résiduelle  $\varepsilon_{Res}$ , la déformation maximale  $\varepsilon_{Max}$  et le frottement interne  $\Delta W/W$ .

Les figures IV.4, IV.5 et IV.6 présentent l'évolution de ces paramètres en fonction du nombre de cycles normalisé par le nombre de cycles à rupture ( $N/N_R$ ) pour chaque niveau de contrainte. Les courbes tracées représentent la moyenne des mesures réalisées sur les quatre essais de chaque niveau de contrainte. Les barrettes représentent l'écart type.

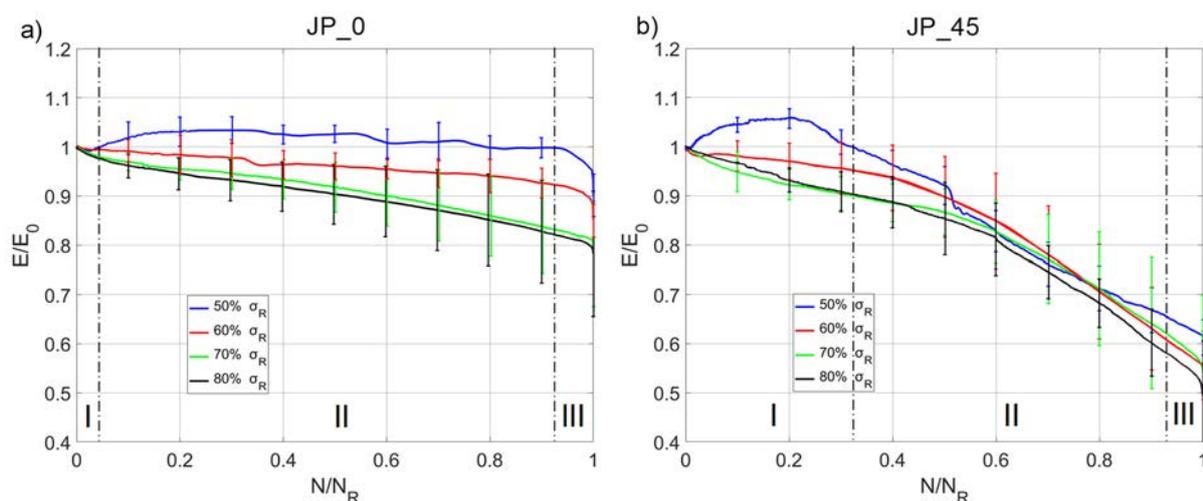


Figure IV.4. Evolution du module élastique sécant normalisé au cours des essais de fatigue. a) JP\_0 ; JP\_45.

L'évolution du module élastique sécant normalisé par le module déterminé lors du chargement du premier cycle, est présentée pour chaque niveau de contrainte sur la figure IV.4.

Pour les composites JP\_0 (figure IV.4.a), on remarque que la diminution du module élastique sécant normalisé dépend essentiellement du niveau de contrainte. Quel que soit le niveau de contrainte, ce module évolue en trois phases plus ou moins prononcées. Une première phase très brève durant laquelle le module décroît rapidement est observée en début d'essai. Elle est suivie d'une deuxième phase durant laquelle le module évolue quasi-linéairement avec une pente constante sur la majeure partie de la vie des échantillons. Cette pente est d'autant plus importante que le niveau de contrainte est élevé. Il faut noter que pour les échantillons sollicités à 50% de  $\sigma_R$ , le module élastique sécant augmente, puis diminue légèrement avec quelques fluctuations durant la seconde phase.

Lorsque la rupture approche, la diminution de ce module s'accélère très rapidement, ce qui constitue la troisième phase. Pour les forts niveaux de contraintes, cette dernière phase est moins marquée en raison de sa brièveté (quelques cycles) au regard de la vie de l'éprouvette. A la fin des essais, le module élastique sécant présente une diminution pour les quatre niveaux de contraintes 80 %, 70%, 60% et 50 % de  $\sigma_R$  d'environ 25 %, 20 %, 16 % et 10 %, respectivement.

Pour les composites JP\_45 (figure IV.4.b), l'effet du niveau de contrainte sur l'évolution du module est moins marqué. Par ailleurs, la perte de rigidité est plus significative et s'effectue d'une manière différente. Pour chaque niveau de contrainte, le module élastique sécant évolue relativement peu durant le premier tiers de la durée de vie du composite (phase I). Comme observé pour les composites JP\_0, une rigidification des éprouvettes sollicitées à 50 % de  $\sigma_R$  est également constatée pour cette orientation. Ensuite la diminution du module s'accélère, indiquant une évolution importante des endommagements au sein des éprouvettes (phase II). Enfin, une chute drastique du module se produit avant la ruine totale des échantillons (phase III). Les pertes de modules enregistrées après rupture pour les quatre niveaux de contraintes 80 %, 70%, 60% et 50% de  $\sigma_R$  sont d'environ 51%, 46%, 45% et 40%, respectivement.

La rigidification des composites observée pour les éprouvettes sollicitées à 50 % de  $\sigma_R$  est probablement dues au réalignement des fils vers la direction de sollicitation et/ou à la réorientation des microfibrilles dans les fibres de jute [1]. Cet effet est plus visible lorsque le niveau de contrainte est faible, car les endommagements sont moins étendus.

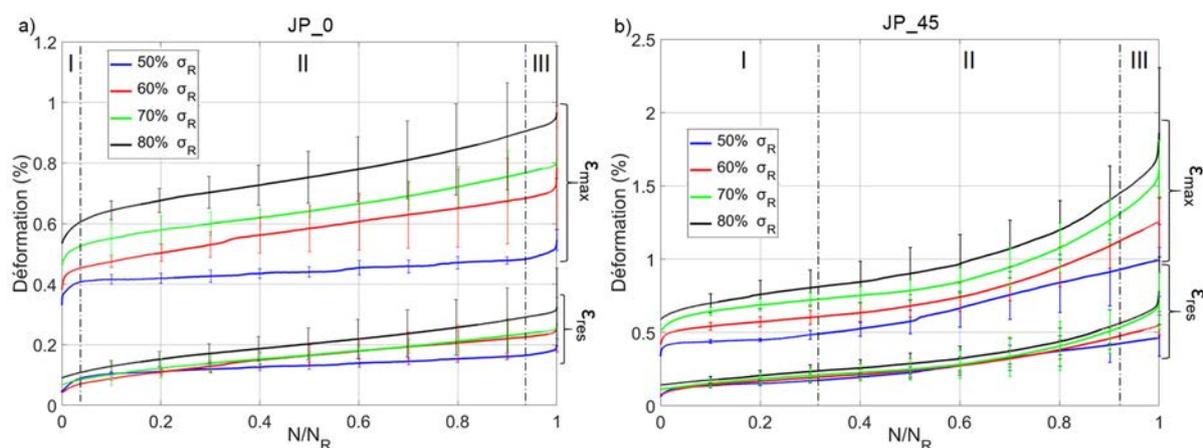


Figure IV.5. Evolution des déformations ( $\varepsilon_{Max}$  et  $\varepsilon_{Res}$ ) au cours des essais de fatigue. a) JP\_0 ; b) JP\_45.

L'évolution des déformations ( $\varepsilon_{Max}$  et  $\varepsilon_{Res}$ ) pour les deux types de composites est présentée sur la figure IV.5. On remarque que l'effet de la contrainte de chargement est moins marqué sur les déformations résiduelles pour les deux orientations. Les niveaux de déformation atteints dépendent fortement de l'orientation des fibres. En effet, ils sont plus élevés pour les composites JP\_45. Cette différence est liée au comportement moins fragile des composites JP\_45, comme observé lors des essais de traction quasi-statique. Par ailleurs, quel que soit le type de composite, l'augmentation du niveau de contrainte a tendance à augmenter les niveaux de déformation de l'éprouvette.

Enfin, on constate que l'évolution des déformations s'effectue en trois phases distinctes correspondant à celles identifiées pour l'évolution du module élastique sécant pour les deux

orientations. Les phases I et III sont caractérisées par une augmentation importante des déformations.

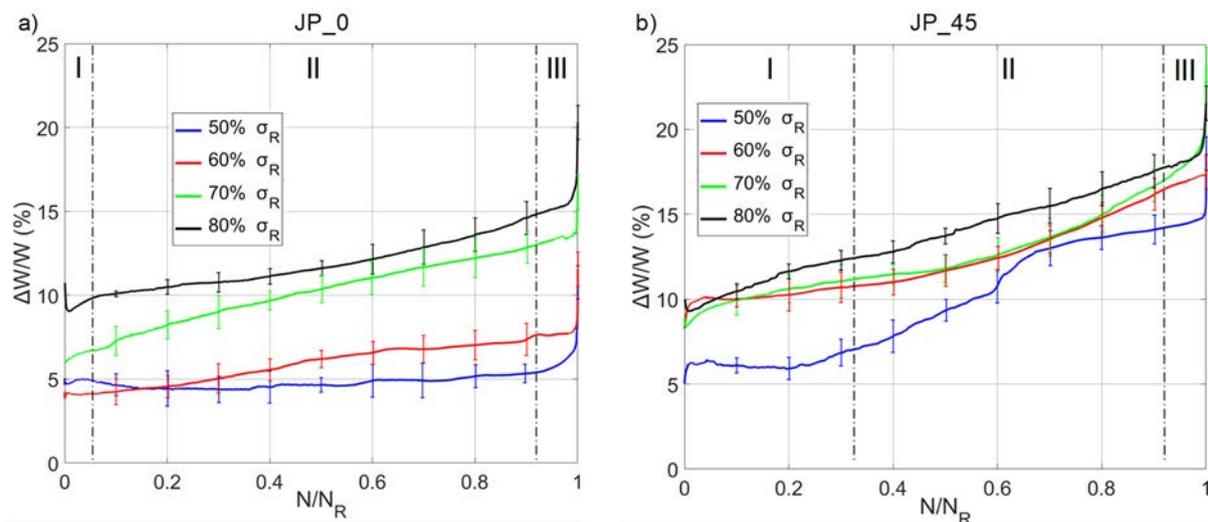


Figure IV.6. Evolution du frottement interne au cours des essais de fatigue; a) JP\_0 ; JP\_45.

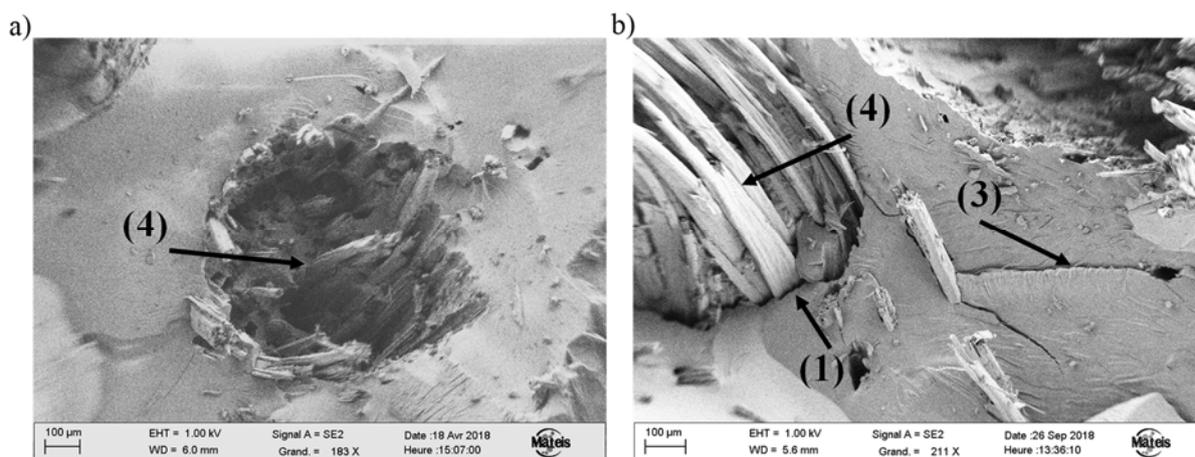
Les courbes tracées sur la figure IV.6 présentent l'évolution moyenne du frottement interne pour les différents niveaux de chargements. Les résultats mettent en évidence une bonne corrélation entre l'évolution du frottement interne avec celle du module élastique sécant et des déformations pour les deux orientations. Le frottement interne est un paramètre sensible au développement des décohésions fibre longitudinale/matrice en raison du frottement des interfaces créées localement. Les résultats montrent qu'elles sont moins prononcées pour les faibles niveaux de contraintes pour le composite JP\_0.

La comparaison des courbes des deux orientations indique que les frottements internes sont plus importants pour les composites JP\_45, surtout pour les faibles niveaux de contraintes. Cela est lié à l'orientation des fibres à  $\pm 45^\circ$  qui favorise davantage le développement des endommagements aux interfaces.

L'évolution en trois phases des paramètres mécaniques est caractéristique du comportement en fatigue des matériaux composites. On retrouve ce comportement pour de nombreux matériaux composites à fibre synthétique [132-135] ou à fibre végétales [1] [177]. Les trois phases d'évolution sont souvent reliées à des phases d'endommagement différentes.

## II.2. Analyse de l'endommagement par $\mu$ -tomographie RX après rupture en fatigue

L'observation des faciès de rupture n'a pas révélé d'influence du niveau de contrainte sur les endommagements développés. Pour les deux orientations, les modes de rupture sont identiques à ceux constatés pour les chargements quasi-statiques. Des images issues d'observations au MEB sont présentées sur la figure IV.7 et montrent des faciès de rupture des composites jute/polyester. Elles sont également similaires aux observations réalisées en quasi-statique (section II.1-Chapitre III). On remarque en particulier les décohésions fibre/matrice (label 1), les fissurations matricielles (3) et les ruptures et déchaussements des fibres (label 4). Aucun délaminage n'a été observé lors des essais de fatigue pour tous les niveaux de contrainte.



**Figure IV.7. Observations au MEB des faciès de rupture d'éprouvettes sollicitées à 80 % de  $\sigma_R$ . a) JP\_0 ; b) JP\_45. (1) décohésion faisceau de fibres/matrice ; (3) fissuration matricielle ; (4) rupture et déchaussement des fibres.**

Cependant, les éprouvettes sollicitées à différents niveaux de contraintes présentent des différences dans l'activité acoustique et dans les proportions des mécanismes d'endommagement notamment les fissurations matricielles.

Afin d'étudier et de visualiser les endommagements pour chaque niveau de chargement, des observations par  $\mu$ -tomographie X ont été réalisées. Pour chaque type de composite, deux échantillons pour chaque niveau de contrainte issues de deux éprouvettes différentes ont été analysés après rupture avec une résolution de 10  $\mu\text{m}$ . Tous les échantillons ont été découpés près de la zone de rupture.

La figure IV.8 et la figure IV.9 présentent un exemple d'images obtenues sur les échantillons des composites JP\_0 et JP\_45. Les résultats des deux niveaux de contraintes extrêmes (50 %  $\sigma_R$  et 80 %  $\sigma_R$ ) sont présentés.

Les figures mettent en évidence la présence de multiples fissures matricielles pour les deux orientations (label 3). Elles sont plus marquées qu'en traction monotone. Toutefois, la densité de ces fissures semble être liée au niveau de contrainte, elle est d'autant plus importante que le niveau de contrainte est faible pour les deux types de composites.

Pour le composite JP\_0 (figure IV.8), la majorité des fissures matricielles sont placées sur les fils chaînes (transverses). Cela confirme que ces dernières résultent de la propagation des décohésions fibre/matrice développées au sein des fils transversaux (label 1). De multiples décohésions fibre/matrice au sein des fils longitudinaux (label 1) sont également observées sur les figures et sont plus marquées pour les forts niveaux de contraintes (figures IV.8.c et IV.8.d). Cela explique les frottements internes plus importants pour ces niveaux de chargement.

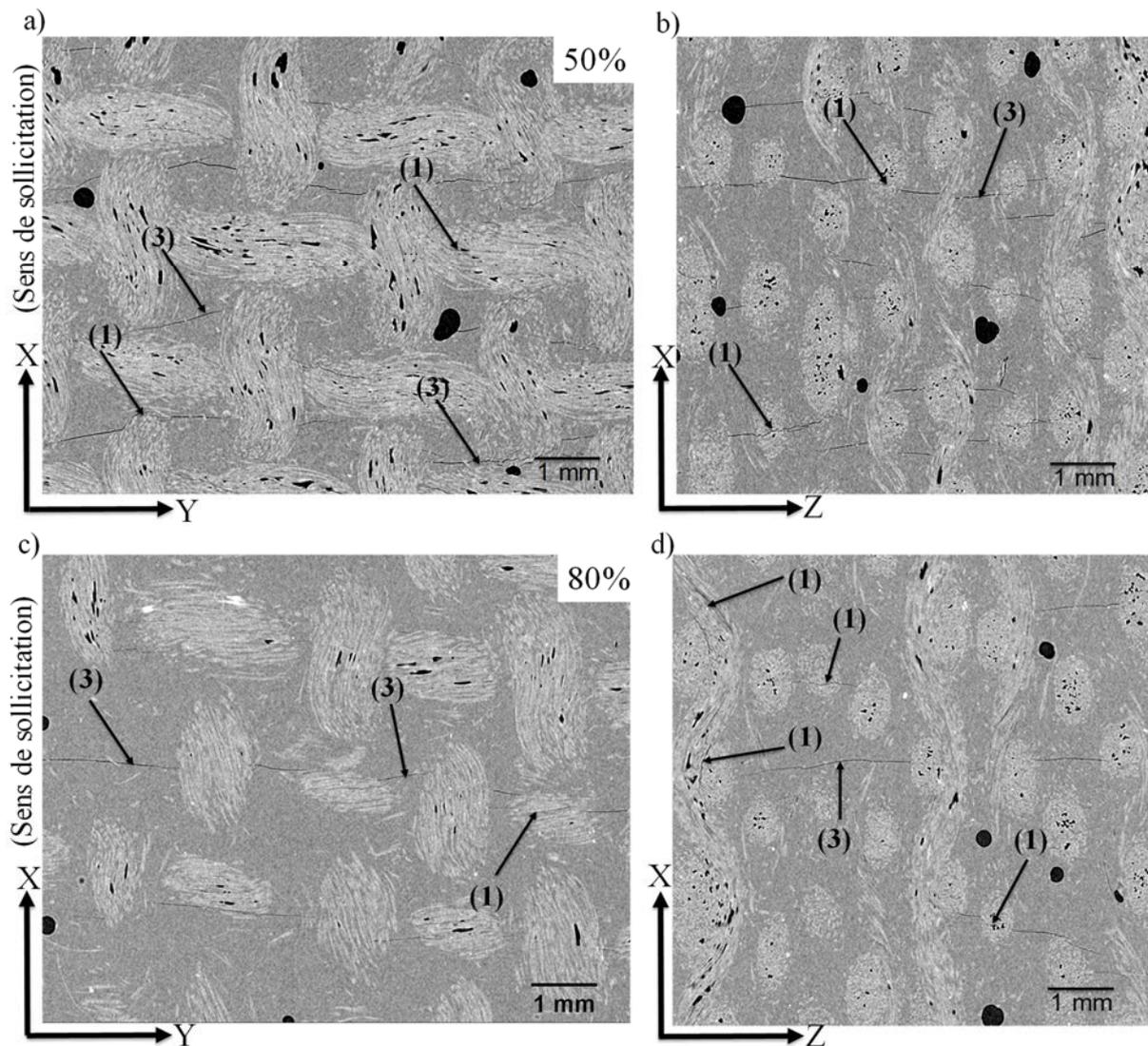


Figure IV.8. Micrographies obtenues par  $\mu$ -tomographie X après rupture en fatigue pour des échantillons JP\_0 ; 50 %  $\sigma_R$  (a et b), 80 %  $\sigma_R$  (c et d). (1) décohésion fibre/matrice ; (3) fissuration matricielle.

Les observations effectuées sur les échantillons du composite JP\_45 (figure IV.9) indiquent la présence de nombreuses décohésions fil/matrice (label 1) surtout pour les faibles niveaux de contraintes (figure IV.9.a et IV.9.b). Ces décohésions se propagent ensuite vers la zone riche en matrice (perpendiculairement au sens de sollicitation) au milieu du losange formé par les fils. En effet, les résultats obtenus par corrélation d'images en traction monotone sur les composites JP\_45 ont montré que ces zones subissent une compression. Lors du chargement, les fils vont avoir tendance à s'orienter dans le sens de sollicitation. Ainsi, un effort de compression va se créer dans la zone riche en matrice qui se trouve entre ces fils. Cela peut favoriser la propagation de fissures dans ces zones.

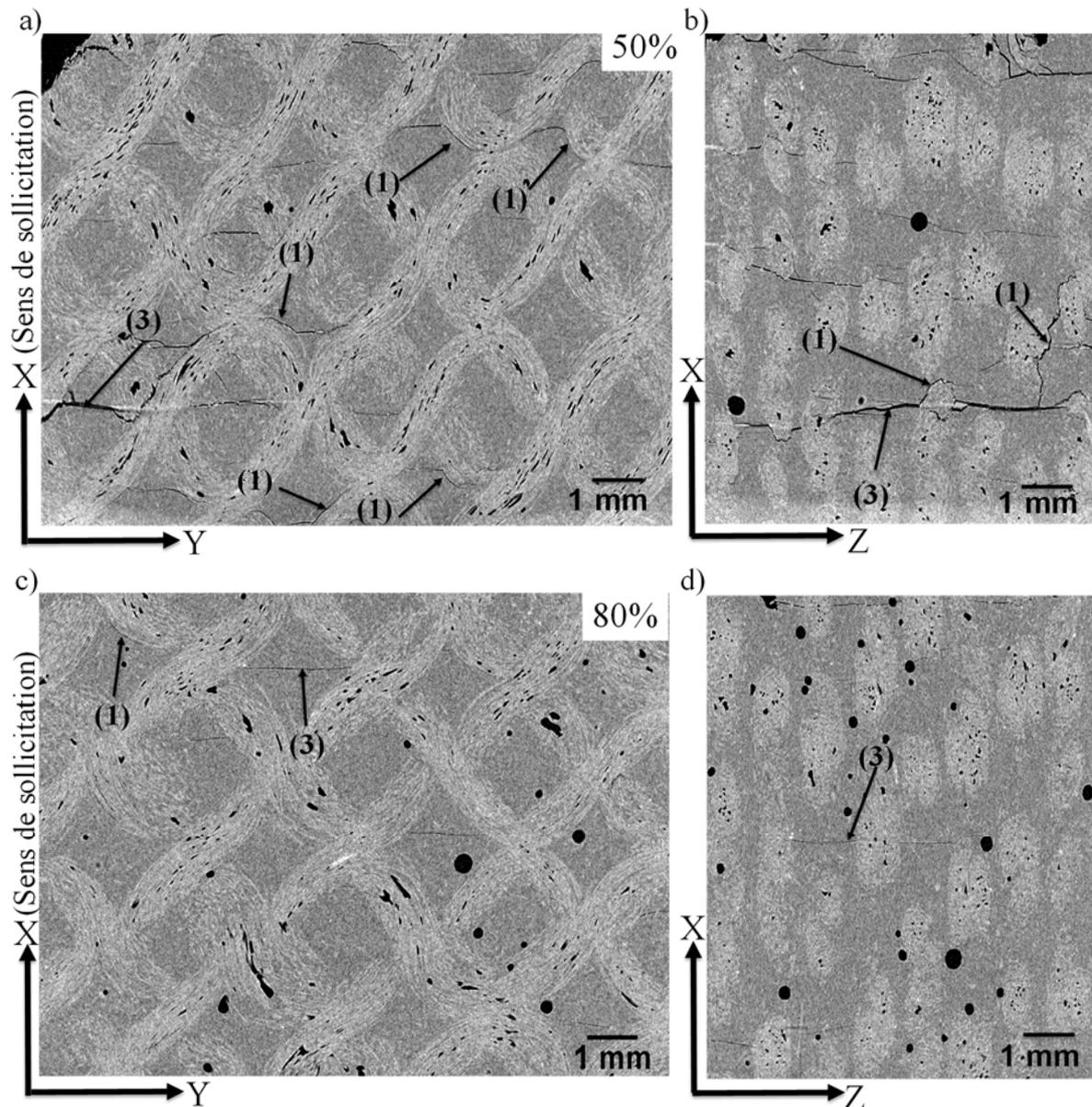


Figure IV.9. Micrographies obtenues par  $\mu$ -tomographie X après rupture en fatigue pour des échantillons JP\_45 ; 50 %  $\sigma_R$  (a et b), 80 %  $\sigma_R$  (c et d). (1) décohésion fibre/matrice, (3) fissuration matricielle.

Afin de visualiser les endommagements dans le volume, les fissures ont été isolées puis une reconstruction 3D des sections obtenues a été effectuée comme pour les essais de traction monotone. Le résultat est illustré sur la figure IV.10.

Les reconstructions 3D des endommagements confirment que les faibles niveaux de contraintes présentent plus de fissures matricielles avec une densité plus importante pour les échantillons des composites JP\_45.

On constate que les fissures se propagent sur des plans espacés de manière plus ou moins régulière. Pour les composites JP\_0, cet espacement correspond à la distance séparant deux fils transversaux. L'espacement correspond plutôt à la distance entre les diagonales des losanges formés par les fils pour les composites JP\_45. Pour cette même orientation, on peut également

distinguer des décohésions fil/matrice (montrées par des flèches jaunes) qui correspondent à un plan orienté à 45° par rapport à l'axe de sollicitation.

Des résidus de porosités intrafil peuvent être observés sur les images (entourés en rouge). Cela est dû au filtrage effectué pour isoler les fissures.

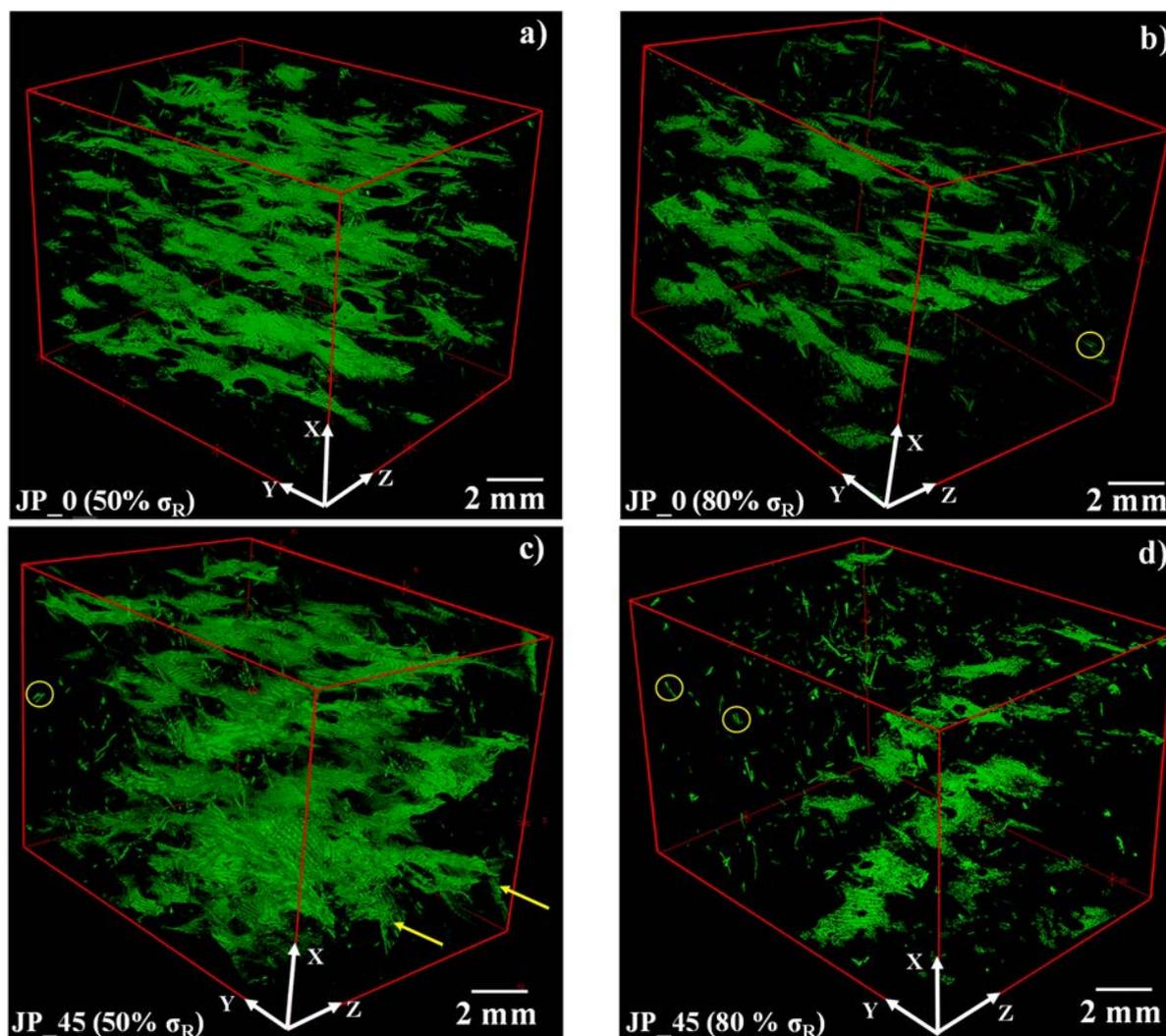


Figure IV.10. Reconstruction 3D des réseaux de fissures pour des échantillons du composite testé en fatigue . JP\_0 (a et b), JP\_45 (c et d). (Les flèches et les cercles indiquent respectivement des décohésions fil/matrice et des résidus de porosités intra-fil).

La reconstruction 3D des endommagements a également permis de quantifier la densité de fissures matricielles. Elle est obtenue en divisant le volume de l'endommagement (voxel en vert) sur le volume de l'échantillon analysé. Le résultat est récapitulé dans le tableau IV.2

Il est important de noter que les résidus de porosités intrafils n'ont pas d'influence sur la valeur de la densité de fissures matricielles, leur volume est très petit par rapport à celui des plans de fissures.

Tableau IV.2. Densité de fissures matricielles pour les différents niveaux de contrainte calculée à partir des reconstruction 3D des endommagements

Niveau de contrainte	Densité de fissures matricielles ( $\times 10^{-4}$ ), la valeur entre parenthèse représente $N_R$	
	JP_0	JP_45
$\sigma = 50 \% \sigma_R$	33,1 (203 059)	51,3 (148 904)
	36,2 ( 547 590)	55,7 (315 275)
$\sigma = 60 \% \sigma_R$	28,2 (30 352)	43,9 (26 589)
	30,2 (53 762)	47,2 (38 230)
$\sigma = 70 \% \sigma_R$	20,2 (11 189)	25,9 (3 221)
	15,9 ( 5 696)	28,9 (5 527)
$\sigma = 80 \% \sigma_R$	12,8 (2 116)	6,2 (995)
	13,1 (2 548)	10,5 ( 1 272)
$\sigma = \sigma_R$ (traction monotone)	6,1	8,2
	7,2	9,7

Les résultats indiquent que la densité de fissures matricielles augmente avec le nombre de cycles à rupture des éprouvettes pour les deux types de composites. Pour le même niveau de contrainte, la densité est plus importante pour l'éprouvette ayant une durée de vie plus longue. On constate également que plus le niveau de contrainte est élevé, plus la densité de fissures matricielles se rapproche de celle obtenue en traction monotone.

En comparant les deux orientations, on remarque que les échantillons des composites JP\_45 présentent plus de fissures matricielles, malgré des durées de vie moins importantes. En effet, la matrice supporte plus d'effort pour ce composite.

La figure IV.11 présente l'évolution de la densité de fissures matricielles en fonction de la durée de vie des éprouvettes. Pour chaque niveau de contrainte, la densité de fissures de deux échantillons est présentée.

La densité de fissures matricielles semble atteindre un état de saturation en fonction du nombre de cycles. Cependant, on peut distinguer deux régimes d'évolution de cette densité : pour les faibles niveaux de contraintes (50 % et 60 %  $\sigma_R$ ) la densité est importante et évolue peu en fonction du nombre de cycles à rupture ; par contre, pour les forts niveaux de contraintes, la densité est plus faible et évolue rapidement avec le nombre de cycles. Ces deux régimes peuvent être liés à deux comportements différents en fatigue en fonction de la contrainte appliquée.

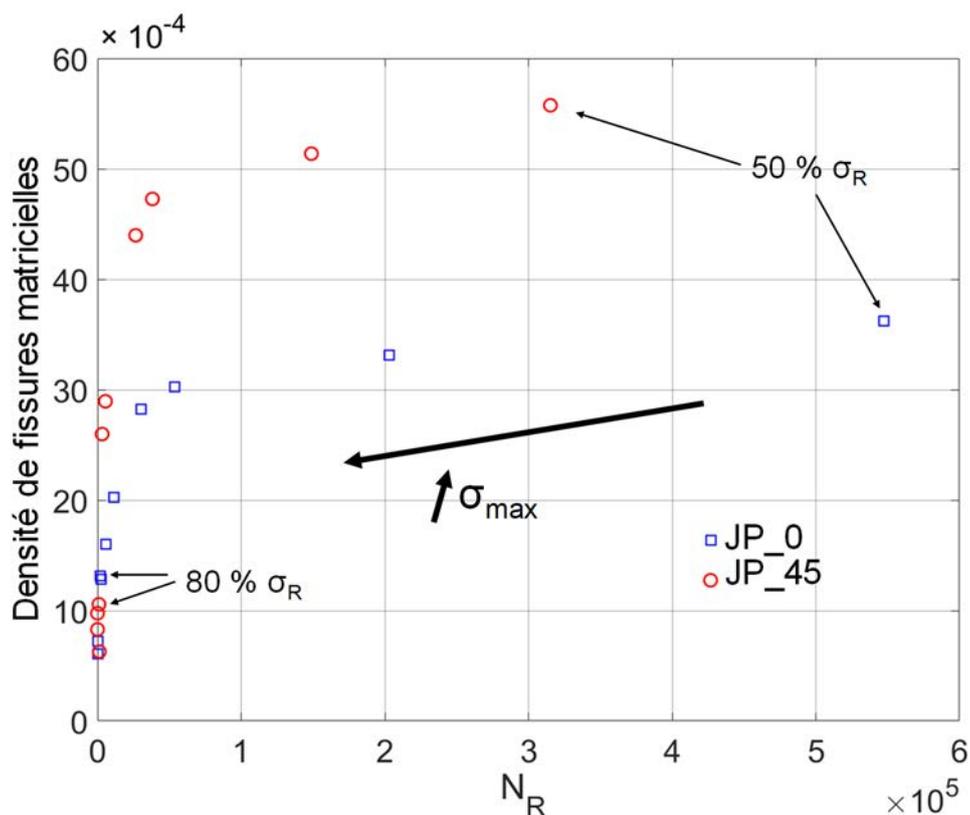


Figure IV.11. Evolution de la densité de fissures matricielles en fonction de  $N_R$ .

## II.3. Suivi de l'endommagement des composites en fatigue

### II.3.1. Corrélation d'images

Les essais instrumentés par corrélation d'images ont été réalisés dans les mêmes conditions qu'en traction monotone. Pour les essais de fatigue, on s'intéresse seulement aux calculs de résidus de corrélation d'images afin de suivre le développement des fissures.

Pour chaque orientation, deux types d'essais sont réalisés ; le premier, consiste à suivre l'évolution des fissures sur la face de l'éprouvette correspondant au plan (X, Y) (comme effectué pour les essais de traction monotone). Le deuxième est réalisé en positionnant la camera face à la tranche de l'éprouvette (plan (X, Z)). Ce dernier permet de voir la propagation des fissures en fonction du nombre de cycles.

Les figures IV.12 et IV.13 présentent les résultats obtenus sur les éprouvettes de composite JP\_0. Sur la face de l'éprouvette (figure IV.12), on observe l'apparition d'endommagement perpendiculaire au sens de la sollicitation dès le début de l'essai (dixième cycle). Ces derniers ont été associés aux fissures créées à l'intérieur des fils transversaux par la coalescence des décohésions fibre/matrice (cf section III-Chapitre III). L'apparition de ces fissures dès les premiers cycles pourrait expliquer l'évolution rapide des paramètres mécaniques au début de l'essai.

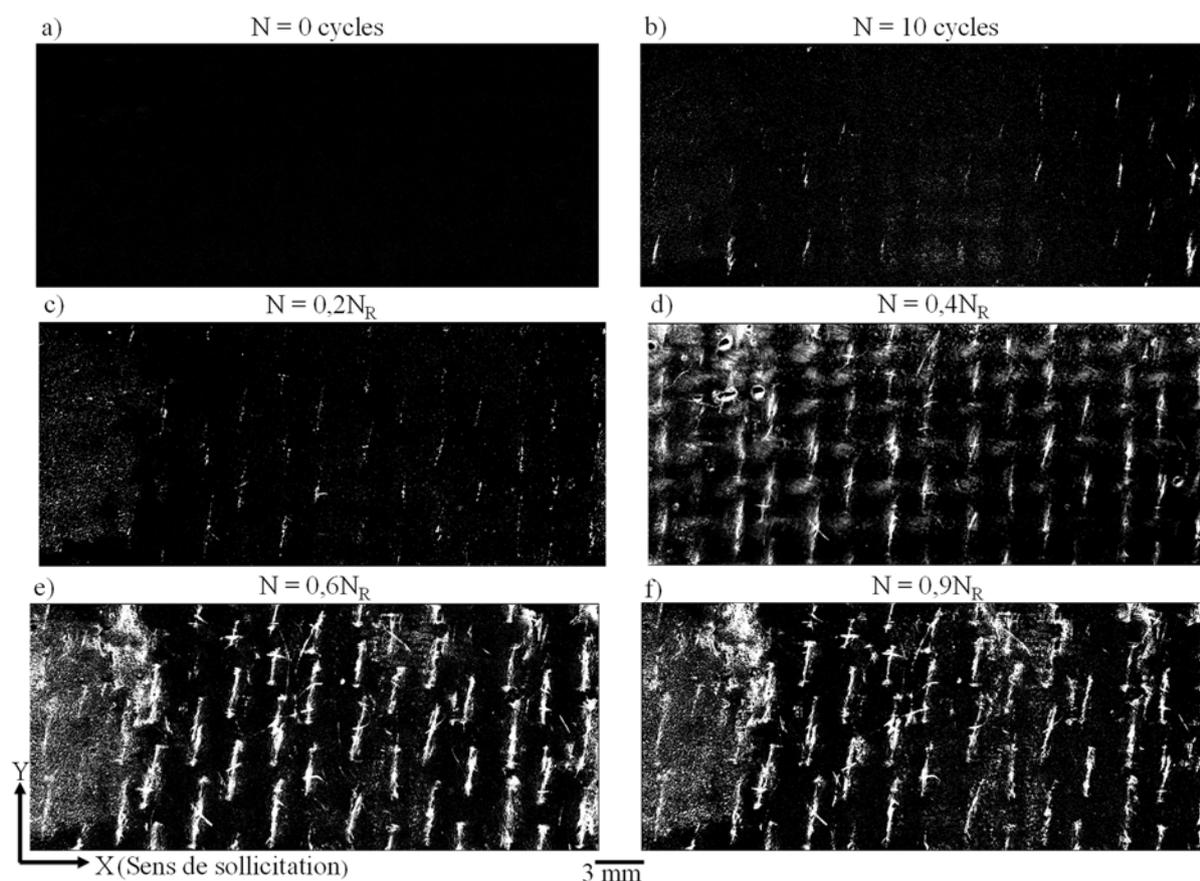
Après  $0,2 N_R$ , on observe une multiplication des fissures au sein des fils transversaux et l'apparition de quelques endommagements orientés à  $0^\circ$  par rapport au sens de sollicitation non observés en traction monotone. Afin de déterminer la position de ces endommagements par

rapport à l'architecture du tissu, le résidu associé à un nombre de cycles égal à  $0,4N_R$  est superposé sur l'image correspondante (figure IV.12.d). Une augmentation du nombre de ces endommagements horizontaux est observée. Ils semblent être majoritairement localisés à l'extrémité du fil longitudinal qui se trouve sous le fil chaîne. Ils sont peut-être liés aux fissures créées au sein des fils longitudinaux.

Avec l'augmentation du nombre de cycles, on remarque que les fissures à l'intérieur des fils transversaux sont de plus en plus ouvertes et de plus en plus nombreuses comme le mettent en évidence les figures IV.12.e et IV.12.f.

En revanche, très peu de fissures sont détectées dans la zone riche en matrice sur la face de l'éprouvette. Ces dernières sont observées sur la tranche des éprouvettes à partir de  $0,4 N_R$  (figure IV.13.b) mais leur nombre ne semble augmenter que vers la fin de l'essai (figure IV.13.d).

On note également que les endommagements observés sur la tranche des éprouvettes apparaissent à intervalles plus ou moins réguliers, qui correspondent à la distance entre deux fils de chaîne.



**Figure IV.12.** Résidus de corrélation d'images effectuée sur la face d'une éprouvette de composite JP\_0 testée à 60 %  $\sigma_R$  pour différents nombres de cycles.

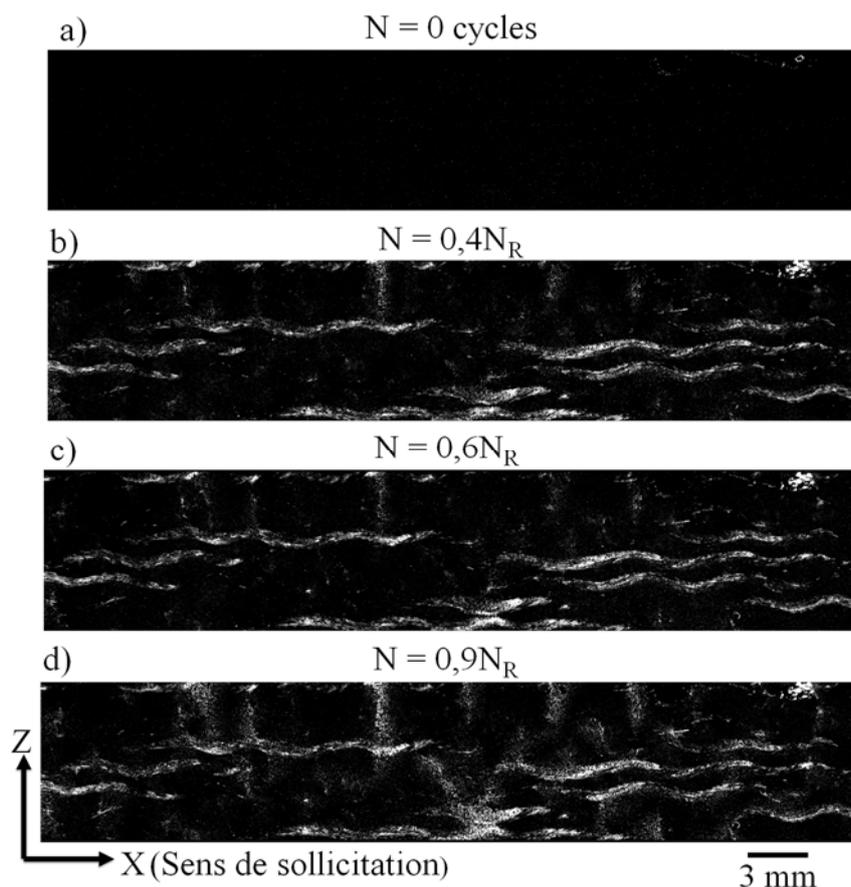


Figure IV.13. Résidus de corrélation d'images effectuée sur la tranche d'une éprouvette de composite JP\_0 testée à 60 %  $\sigma_R$  pour différents nombres de cycles.

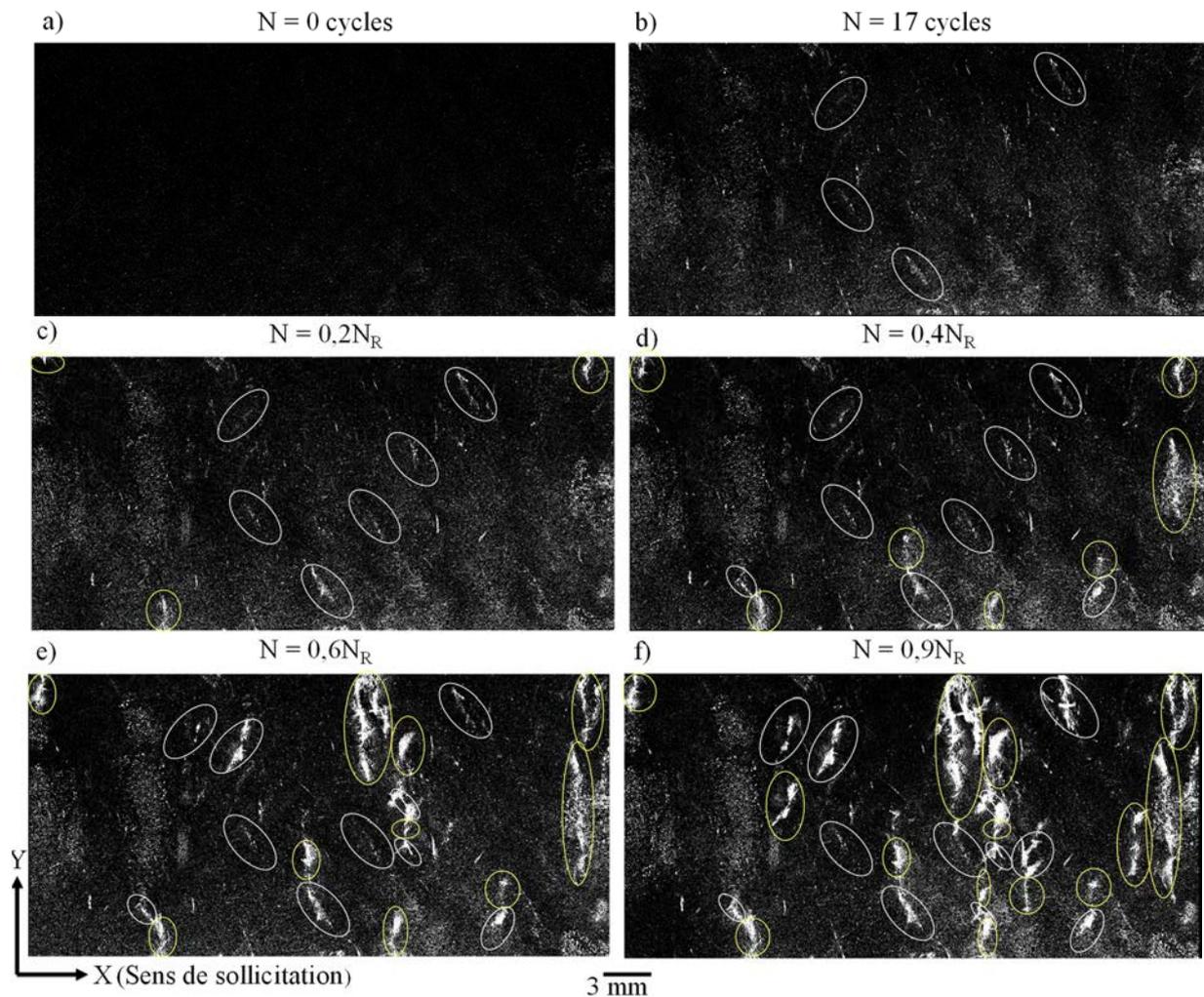
Pour cette orientation, les fissures au sein des fils transversaux s'activent dès les premiers cycles de fatigue. Leur nombre augmente ensuite avec le nombre de cycles. Vers  $0,4N_R$ , des fissures horizontales apparaissent aux extrémités des fils longitudinaux associées aux coalescences des décohésions existantes au sein de ces derniers. Avec l'augmentation du nombre de cycles, ces fissures se développent et s'ouvrent d'autant plus.

Par ailleurs, les fissures dans la zone riche en matrice semblent peu se développer durant l'essai de fatigue pour cette orientation. Elles sont observées uniquement sur la tranche des éprouvettes.

Les résultats obtenus pour les éprouvettes de composite JP\_45 sont présentés sur les figures IV.14 et IV.15. On constate des différences avec ceux obtenus pour les composites JP\_0 notamment sur le développement des fissures matricielles.

Pour ce type de composite, les décohésions fils/matrice s'activent en premier dès le début de l'essai sur la face de l'éprouvette (figure IV.14). Après  $0,2N_R$ , on observe l'apparition des premières fissures dans la zone riche en matrice (entourées en jaune). Ces dernières sont amorcées aux bords de l'éprouvette. Les résidus relatifs à une durée de vie égale à  $0,4N_R$  indiquent la propagation des fissures matricielles déjà créées et l'amorçage de nouvelles fissures à partir des décohésions fil/matrice. Ces dernières sont bien visibles sur la tranche de l'éprouvette (figures IV.15). Avec l'augmentation du nombre de cycles, les décohésions fil/matrice se multiplient et les fissures matricielles se propagent tout en contournant les fils de

jute sur toute la largeur de l'éprouvette conduisant à la ruine totale (figure IV.14.f et figure IV.15.d).



**Figure IV.14. Résidus de corrélation d'images effectuée sur la face d'une éprouvette du composite JP\_45 testée à 60 %  $\sigma_R$  pour différents nombres de cycles.**

En comparant les deux orientations, on constate que les fissures matricielles se développent beaucoup plus lors de l'essai de fatigue pour les composites JP\_45. De plus, les fissures amorcées en début d'essai ont tendance à se propager lors des cycles suivants (par coalescence avec les décohésions des fil/matrice) sur toute la largeur de l'éprouvette, et conduisent ainsi à la rupture totale de celle-ci. Ces résultats indiquent que la ruine de l'éprouvette pour cette orientation est principalement contrôlée par le développement de la fissuration matricielle.

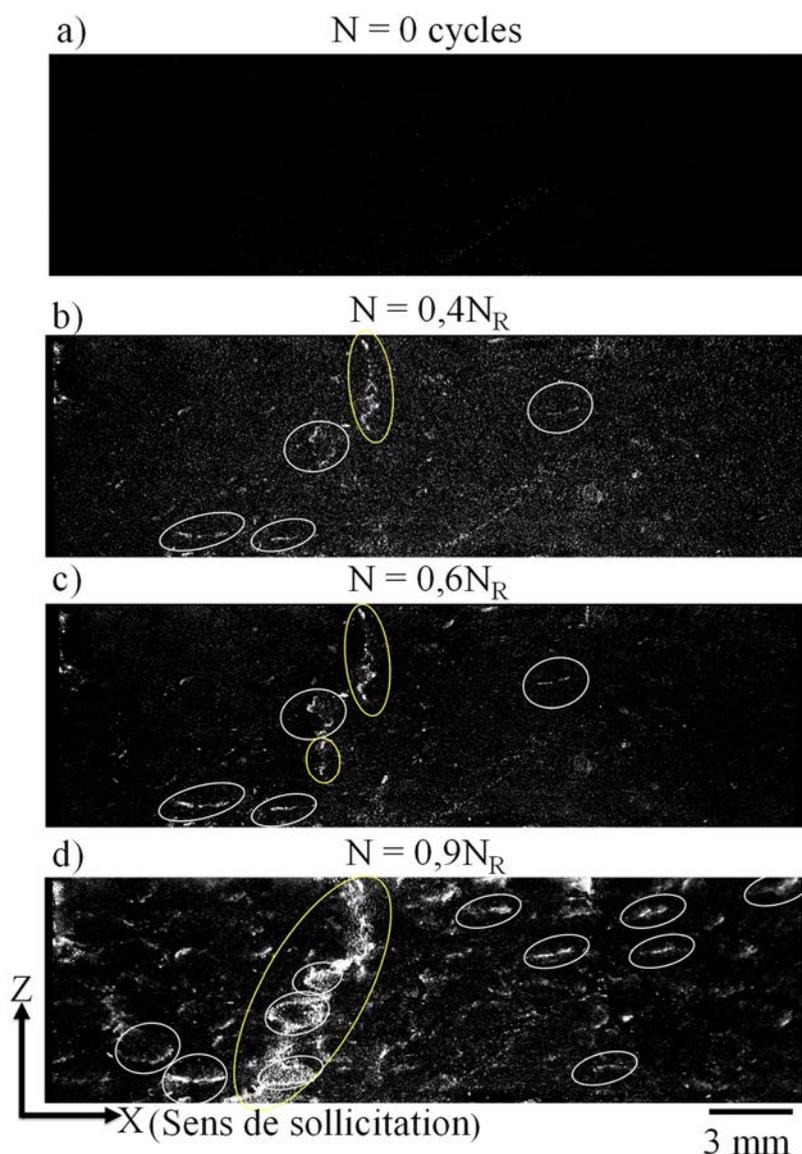


Figure IV.15. Résidus de corrélation d'images effectuée sur la tranche d'une éprouvette du composite JP\_45 testée à 60 %  $\sigma_R$  pour différents nombres de cycles.

### II.3.2. $\mu$ -tomographie RX

Afin de suivre l'évolution de la densité de fissures matricielles en fonction du nombre de cycles, un essai de fatigue interrompu accompagné par des observations par  $\mu$ -tomographie X est réalisé sur une éprouvette du composite JP\_45 testée à 60 % de  $\sigma_R$ . L'essai consiste à tester l'éprouvette durant un nombre de cycles égal à  $N_R/6$ , puis à la scanner au  $\mu$ -tomographe. Cette procédure est répétée jusqu'à la ruine totale de l'éprouvette.

La figure IV.16 présente un exemple d'images obtenues dans le plan (X, Z) à chaque observation de la même zone (tous les  $N_R/6$ ). Les flèches rouges indiquent les décohésions fil/matrice et les flèches bleues les fissures matricielles transverses.

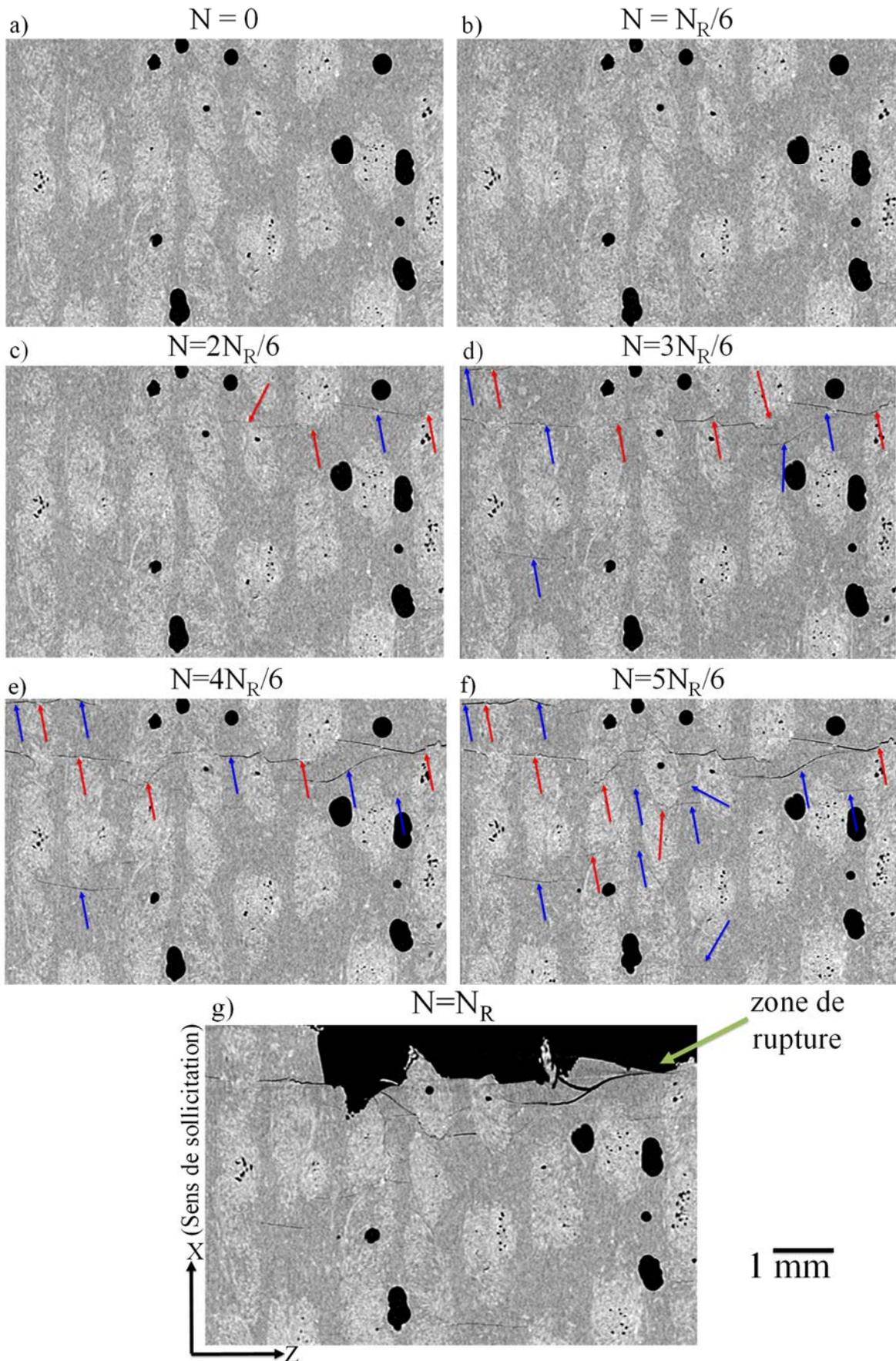


Figure IV.16. Micrographies obtenues par  $\mu$ -tomographie X à différents nombres de cycles sur une éprouvette de composite JP\_45 testée à 60 % de  $\sigma_R$  (10  $\mu\text{m}/\text{pixel}$ ).

Les résultats indiquent que les premières fissures matricielles apparaissent entre  $N_R/6$  et  $2N_R/6$  (figure IV.16.c). On constate que les fissures se sont amorcées aux bords de l'éprouvette puis propagées dans la zone riche en matrice pour coalescer avec les décohésions du fil voisin. Ce résultat est cohérent avec celui observé sur les résidus de corrélation d'images.

Après la moitié de la durée de vie de l'éprouvette, le développement de nouvelles fissures matricielles est également observé (figure IV.16.d). Ces dernières sont amorcées aux interfaces fil/matrice. La densité de fissures matricielles augmente avec le nombre de cycles, comme le mettent en évidence les figures IV.16.e, IV.16.f et IV.16.g. Il est intéressant de noter que la rupture de l'éprouvette s'est produite lorsque les fissures matricielles se sont propagées sur toute la largeur de l'éprouvette confirmant ainsi le constat effectué sur les résultats de corrélation d'images.

Afin d'identifier la cinétique d'évolution des fissures matricielles au cours de l'essai de fatigue, une quantification des densités de fissures est réalisée pour chaque nombre de cycles, sauf pour celui correspondant à  $2N_R/6$  (les fissures n'étant pas assez ouvertes).

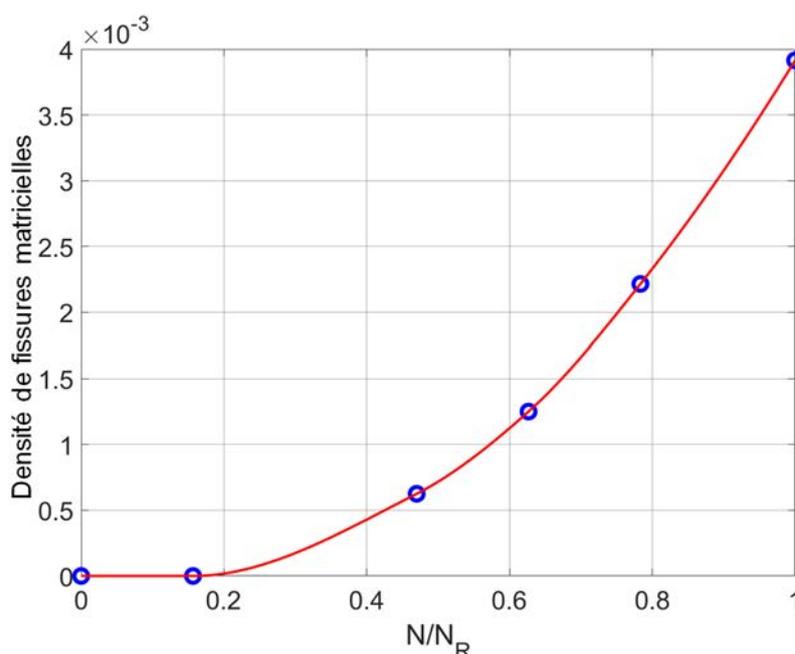


Figure IV.17. Evolution de la densité de fissures matricielles obtenue par  $\mu$ -tomographie X en fonction de  $N/N_R$ .

La densité de fissures matricielles obtenue après rupture est proche de celles obtenues pour les autres échantillons testés au même niveau de contrainte (Figure IV.17). On constate que la densité évolue rapidement en fonction du nombre de cycles.

La figure IV.18 présente une comparaison de l'évolution de la densité de fissures matricielles obtenue par  $\mu$ -tomographie X avec celles de l'activité acoustique, la sévérité et des indicateurs d'endommagement mécaniques. Les indicateurs d'endommagement mécaniques sont calculés à partir des trois paramètres :  $E_S$ ,  $\epsilon_R$  et le frottement interne avec l'équation IV.2 :

$$DP(N) = \frac{P_N - P_0}{P_{N_R} - P_0} \quad \text{Equation IV.2}$$

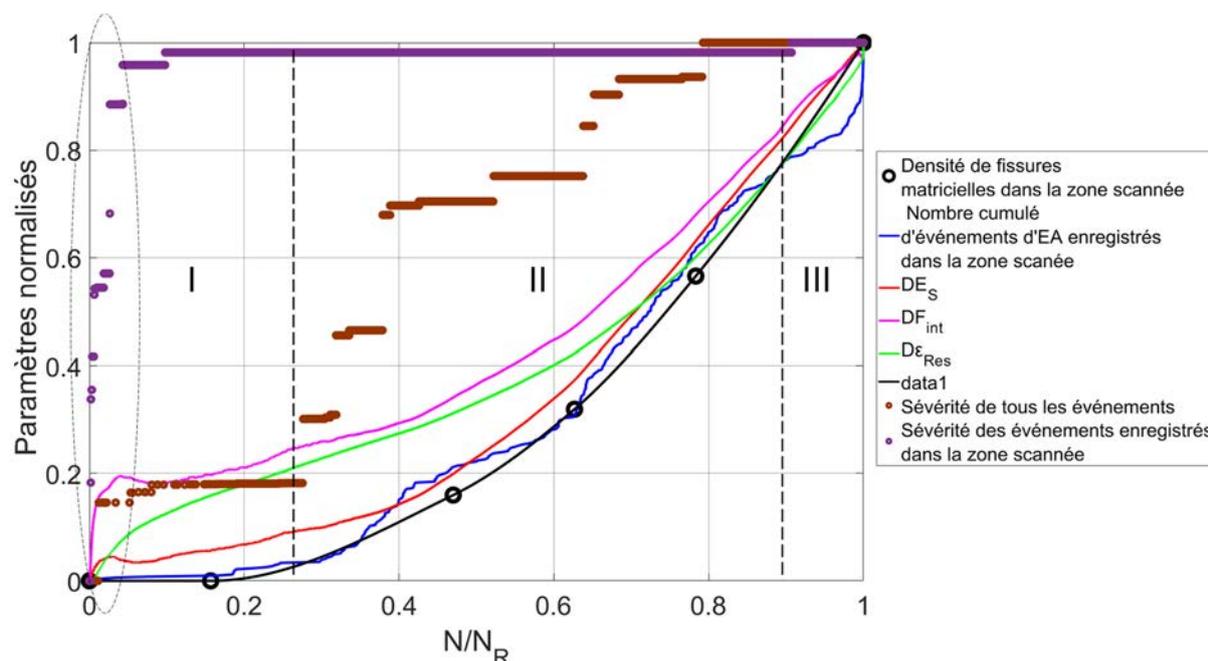
où :

$P_0$  : valeur du paramètre au premier cycle

$P_N$  : valeur du paramètre au cycle en cours

$P_{N_R}$  : valeur du paramètre au dernier cycle

La sévérité est calculée par l'équation II.4 (section III.2.1-Chapitre II). Pour l'activité acoustique, seulement les événements localisés dans la même zone analysée par  $\mu$ -tomographie X sont considérés. L'activité et la sévérité sont normalisées par le nombre total d'événements d'EA enregistrés sur cette zone.



**Figure IV.18.** Comparaison de l'évolution de la densité de fissures matricielles avec celles de l'activité acoustique, de la sévérité et des indicateurs d'endommagement mécanique pour une éprouvette JP\_45 sollicitée à 60% de  $\sigma_R$ .

Une bonne corrélation entre l'évolution de la densité de fissures matricielles calculée par  $\mu$ -tomographie X, celle des indicateurs d'endommagement mécanique et celle de l'activité acoustique est observée. Cependant, au début de l'essai, on remarque une évolution rapide des indicateurs d'endommagement qui ne semble pas être consécutive à l'apparition des fissures matricielles. La sévérité des événements et l'activité acoustique, par ailleurs, mettent en évidence un nombre faible de signaux d'EA, mais très énergétiques, enregistrés lors de cette phase. Ce résultat indique qu'au début de l'essai, un endommagement sévère mais en faible nombre se produit. La sévérité de tous les événements est bien corrélée avec l'évolution des indicateurs d'endommagement mécaniques.

### II.3.3. Emission acoustique

L'évolution de l'activité acoustique globale (en considérant tous les signaux enregistrés) ainsi que celle de l'énergie acoustique cumulée en fonction de  $N/N_R$  pour les mêmes éprouvettes que celles analysées par  $\mu$ -tomographie RX sont présentées sur la figure IV.19.

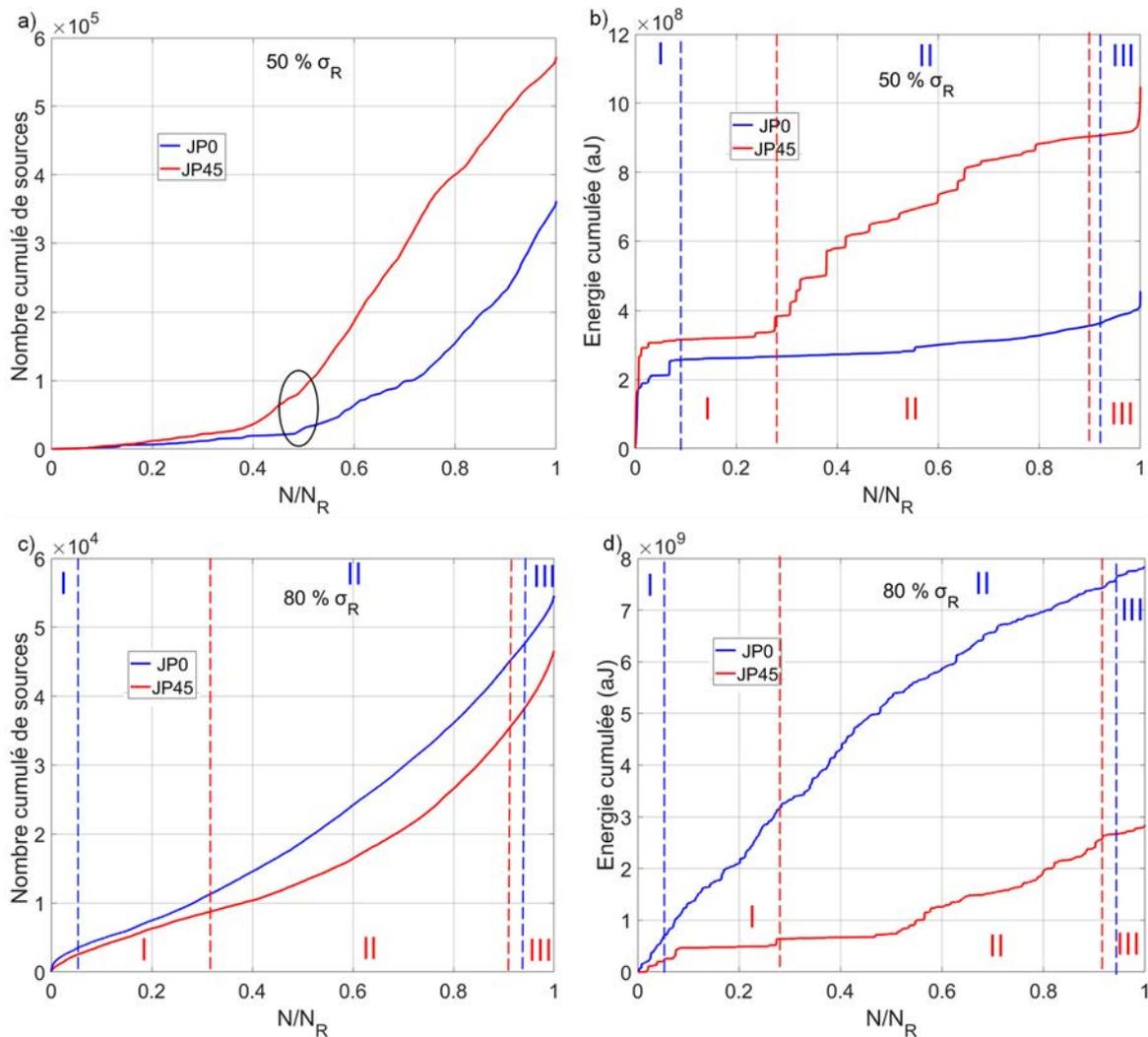
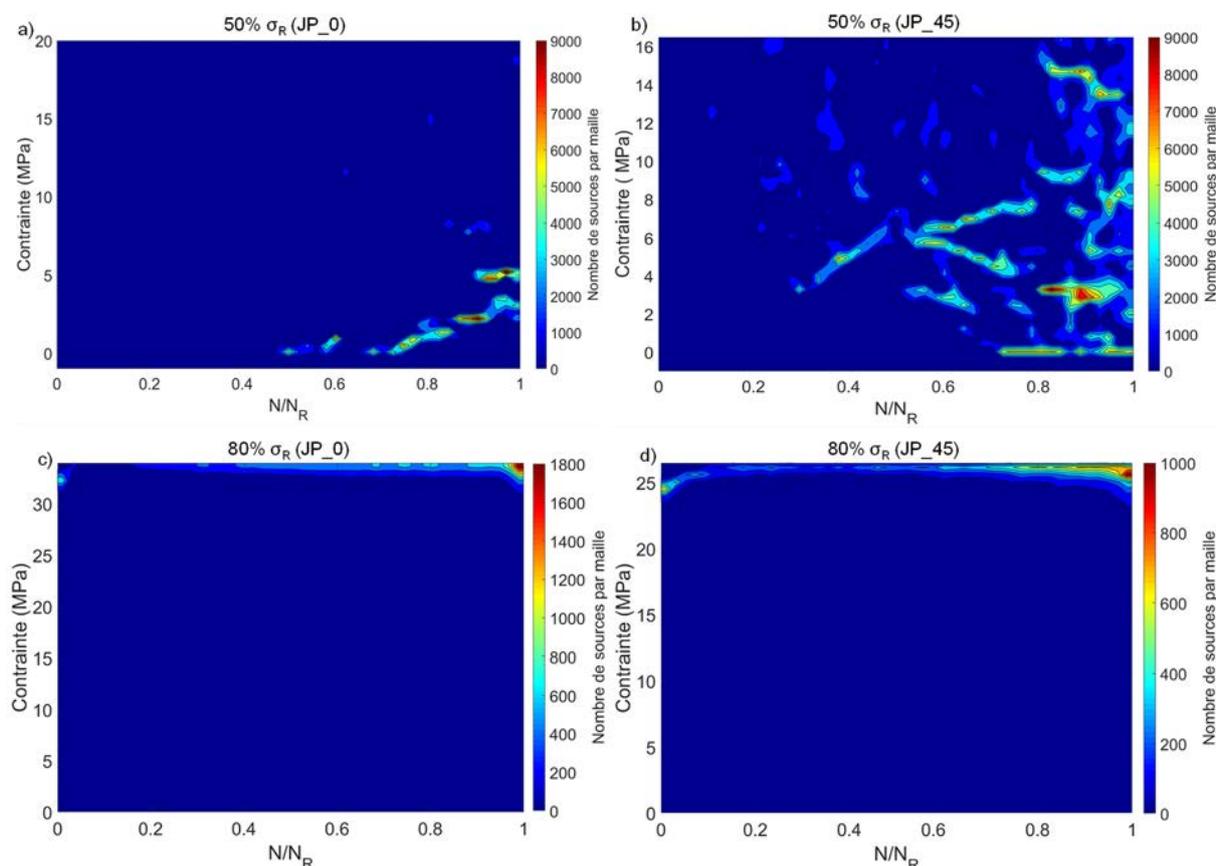


Figure IV.19. Évolution de l'activité acoustique (a et c) et de l'énergie d'EA cumulée (b et d) pour les deux niveaux de contraintes extrêmes ( $50\%$  et  $80\% \sigma_R$ ) en fonction de  $N/N_R$

Pour les deux orientations, on remarque que l'activité acoustique est plus importante pour les faibles niveaux de contraintes (avec un nombre de signaux d'EA plus élevé pour les composites JP\_45). En revanche, l'énergie d'EA libérée au cours des essais de fatigue est plus importante pour les forts niveaux de contraintes (plus importante pour les composites JP\_0). Aussi, l'évolution de ces deux paramètres acoustiques est en accord avec celle des paramètres mécaniques. On retrouve les mêmes phases d'évolution sauf pour l'activité acoustique des échantillons testés à  $50\% \sigma_R$ . Pour ce niveau de contrainte, l'activité évolue lentement durant la première moitié de la durée de vie des éprouvettes avant de s'accélérer rapidement jusqu'à la ruine totale.

Ces résultats montrent qu'une grande partie des signaux enregistrés est émise par des sources très peu énergétiques et qui influencent peu l'évolution de l'endommagement de l'éprouvette pour les faibles niveaux de contraintes. Etant donné que les échantillons testés à  $50\%$  de  $\sigma_R$  présentent de nombreuses fissures matricielles, ces signaux peuvent être générés par des phénomènes de frottements lorsque les fissures se referment.

Une analyse temporelle de l'apparition des signaux d'EA est effectuée en fonction de  $N/N_R$  pour les éprouvettes des deux composites. Le résultat est présenté sur la figure IV.20. L'axe des ordonnées correspond à la contrainte appliquée, et le code couleur à la densité des signaux d'EA par maille.



**Figure IV.20. Localisation temporelle des signaux d'EA en fonction de  $N/N_R$  pour les deux niveaux de contrainte extrêmes (50 % et 80% de  $\sigma_R$ ). JP\_0 (a et c) ; JP\_45 (b et d).**

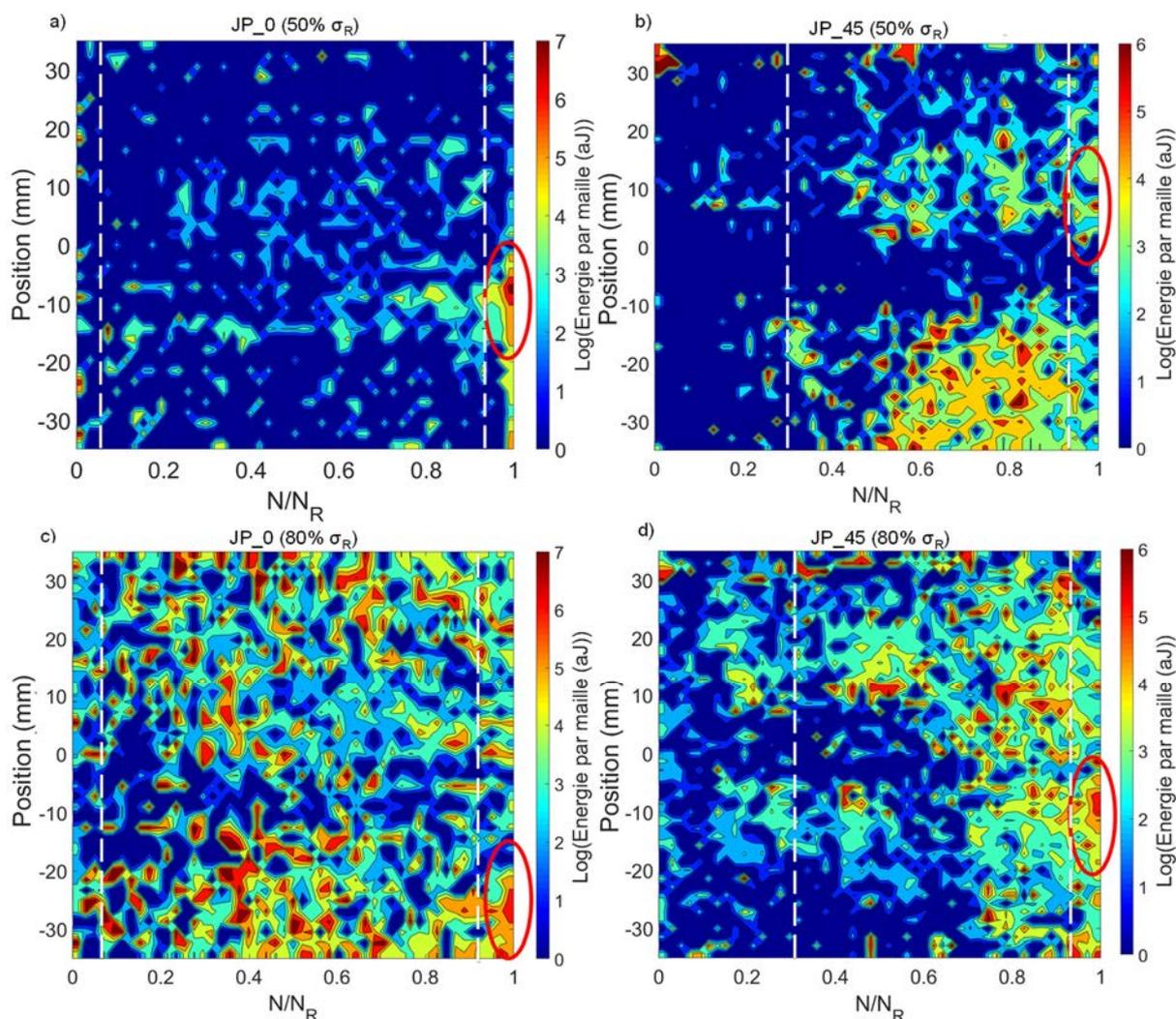
Pour les forts niveaux de chargement, on remarque que la plus grande partie de l'activité acoustique est enregistrée en haut des cycles de fatigue pour les deux orientations. Une concentration des signaux au début et à la fin de l'essai est observée sur les figures IV.20.c. et IV.20.d, correspondant aux deux phases où les paramètres mécaniques évoluent rapidement.

Concernant les essais effectués à 50 % de  $\sigma_R$ , les résultats mettent en évidence la présence d'une forte activité acoustique en bas des cycles de fatigue (figure IV.20.a et IV.20.b). Le début de l'apparition de ces signaux correspond au moment où l'activité globale s'accélère rapidement pour les deux types de composites.

Les observations au  $\mu$ -tomographe des échantillons après rupture ont indiqué la présence d'une densité de fissures plus importante pour les faibles niveaux de chargement. Pour les composites JP\_45, l'apparition de l'activité en bas des cycles est consécutive au développement rapide de la densité de fissures matricielles. De plus, les résidus de corrélation d'images ont mis en évidence la présence d'un endommagement interfacial important. Ces résultats confirment que l'activité détectée en bas des cycles de fatigue est liée à des phénomènes de frottement. Elle est plus marquée pour les faibles niveaux de contrainte car la durée de vie est beaucoup plus

longue. Il faut noter qu'aucun de ces signaux n'est localisé par les deux capteurs. Ces derniers sont probablement amortis en raison de leur faible énergie.

La figure IV.21 présente la répartition de l'énergie acoustique des signaux localisés sur la partie utile des éprouvettes lors des essais présentés précédemment. Cette représentation permet de voir les zones où les éprouvettes s'endommagent le plus sévèrement.



**Figure IV.21.** Répartition de l'énergie acoustique sur la longueur utile des éprouvettes lors des essais de fatigue cyclique ; JP\_0 (a et b) ; JP\_45 (b et d). Les zones entourées en rouge correspondent aux zones de rupture.

Le résultat de l'essai effectué à 50 % de  $\sigma_R$  sur l'éprouvette du composite JP\_0 (figure IV.21.a) met en évidence la présence d'événements très énergétiques au début et à la fin de l'essai correspondant aux deux phases pour lesquelles les paramètres mécaniques évoluent rapidement. Les événements énergétiques enregistrés lors de la phase III sont totalement concentrés dans la zone de rupture. Bien que la deuxième phase soit caractérisée par une activité acoustique très importante, l'énergie libérée pendant cette phase est relativement faible.

Les essais effectués à 80 % de  $\sigma_R$  sont caractérisés par la présence d'événements énergétiques tout le long de l'essai de fatigue. Ces événements sont répartis d'une manière homogène sur toute la longueur utile de l'éprouvette avec une concentration dans la zone de rupture.

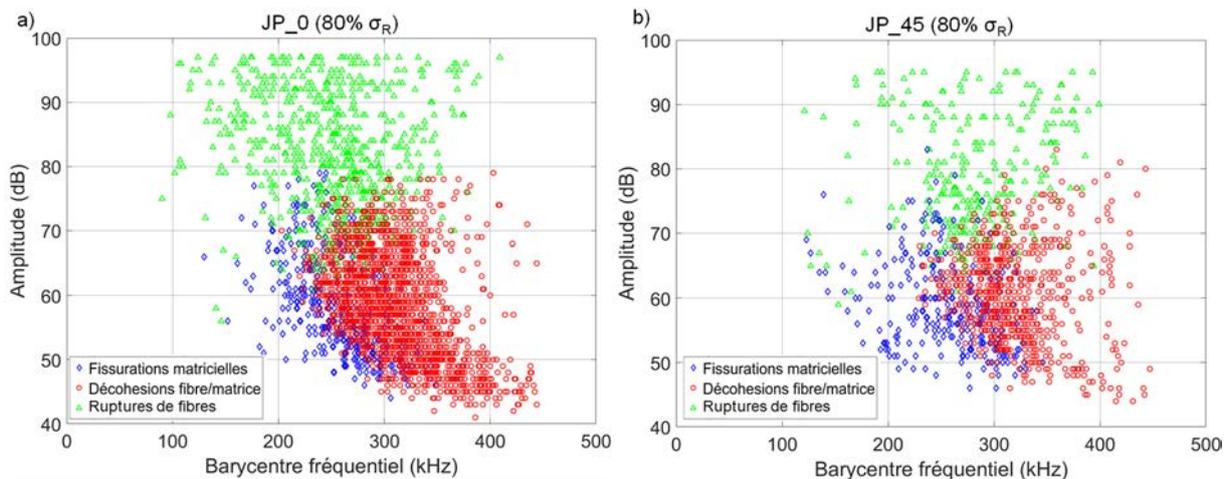
Pour les composites JP\_45, on remarque que le niveau d'énergie maximal est moins important que pour les composites JP\_0. Par ailleurs, l'énergie est répartie d'une manière plus homogène pour cette orientation. Les deux niveaux de contraintes présentent des cartographies similaires (avec un niveau d'énergie plus important pour les forts niveaux de contrainte) qui corréleront bien avec l'évolution des paramètres mécaniques.

## II.4. Identification de la cinétique d'évolution des mécanismes d'endommagement par EA

### II.4.1. Classification supervisée

La labellisation des événements acoustique enregistrés en fatigue cyclique est effectuée par classification supervisée (cf section III.2.3-Chapitre II). Les mécanismes d'endommagement identifiés en fatigue sont similaires à ceux observés en traction monotone et les essais ont été effectués dans les mêmes conditions (géométrie d'éprouvettes, distance entre capteurs). Ainsi, une bibliothèque de signaux d'EA est construite à partir des signaux labellisés provenant de la classification non-supervisée effectuée en traction monotone (3 classes de signaux). Les classes de la bibliothèque ont un nombre équivalent de signaux (800 signaux). Les signaux constituant la bibliothèque proviennent des données de plusieurs essais réalisés sur les deux types de composites (JP\_0 et JP\_45).

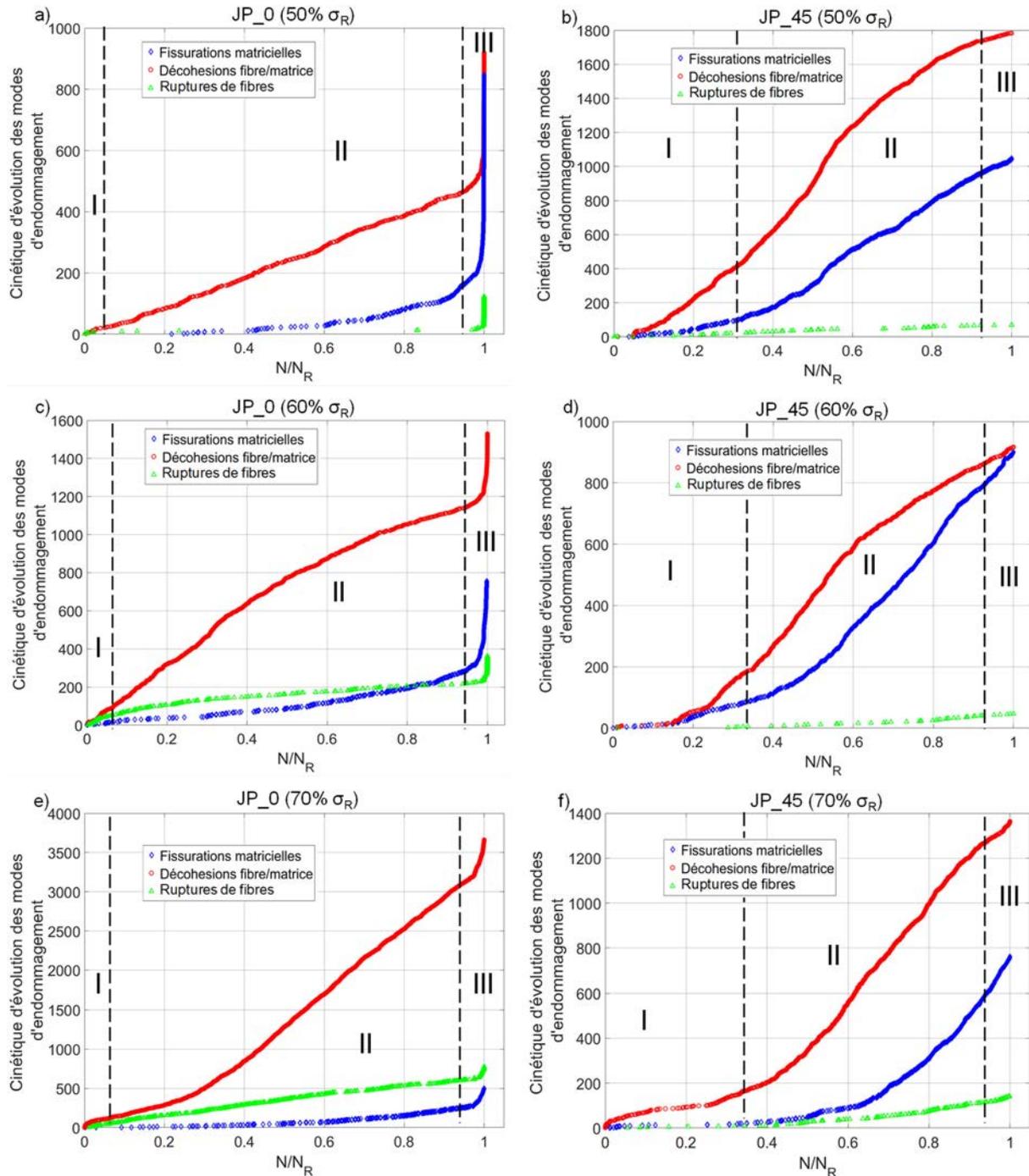
Les classifications supervisées ont été effectuées uniquement pour les données localisées (événements). Seuls les événements recevant plus de 70 % des 200 suffrages pour une classe sont considérés, soit un taux compris entre 79 % et 92 % (selon l'essai) du nombre d'événements total considéré. La figure IV.22 présente la repartitions des événements dans le plan amplitude-barycentre fréquentiel pour deux éprouvettes testées à 80 % de  $\sigma_R$ .

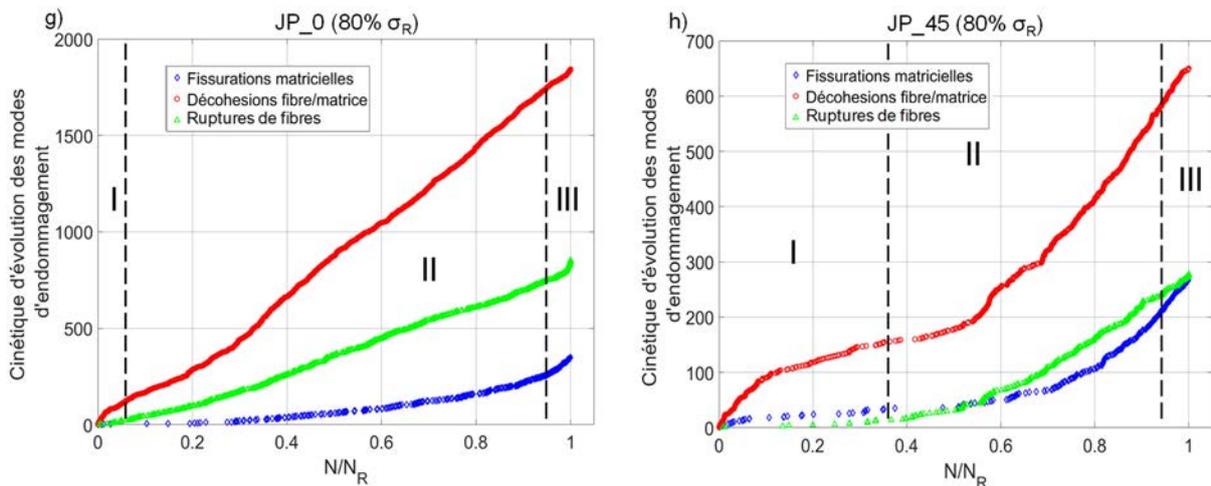


**Figure IV.22. Répartition des trois classes obtenues par classification supervisée à l'aide d'une forêt d'arbres décisionnels dans le diagramme amplitude-barycentre fréquentiel pour des éprouvettes testées à 80% de  $\sigma_R$ . a) JP\_0, b) JP\_45**

La figure IV.23 présente la cinétique d'évolution des mécanismes d'endommagement en fonction de  $N/N_R$  obtenue sur les mêmes éprouvettes que celles analysées par  $\mu$ -tomographie RX.

Pour les deux orientations, les cinétiques d'évolution des différents mécanismes d'endommagement lors des essais de fatigue présentent une allure semblable à celle des paramètres mécaniques (évolution en trois phases).





**Figure IV.23. Cinétique d'évolution des mécanismes d'endommagement en fatigue cyclique en fonction de  $N/N_R$  pour tous les niveaux de contrainte et pour les deux orientations. JP\_0 (a, c, e, g) ; JP\_45 (b, f, e, h)**

L'ensemble des courbes indiquent que le nombre cumulé d'évènements lié à l'endommagement de l'interface fibre/matrice est prépondérant. Le nombre de fissures matricielles est d'autant plus important que le niveau de contrainte est faible. Ce résultat est cohérent avec celui obtenu par  $\mu$ -tomographie X.

Enfin, on observe plus de ruptures de fibres pour les forts niveaux de chargement. Etant le mécanisme d'endommagement le plus sévère, cela explique les durées de vie moins longues pour les forts niveaux de contraintes.

En comparant les deux orientations, on constate des différences concernant les proportions et les cinétiques d'évolution des différents mécanismes d'endommagement. Pour les composites JP\_0, les événements relatifs aux ruptures de fibres sont plus importants. Ces événements ont lieu d'une manière continue avec une accélération vers la fin de l'essai pour les forts niveaux de contraintes (70 %  $\sigma_R$  et 80%  $\sigma_R$ ). En revanche, ils se produisent majoritairement pendant la phase III pour les faibles niveaux de contraintes (50 %  $\sigma_R$  et 60%  $\sigma_R$ ). Bien que le nombre d'évènements relatifs aux décohésions fibre/matrice et ceux relatifs aux fissures matricielles soient importants, les paramètres mécaniques évoluent peu durant la phase II pour les faibles niveaux de contraintes. L'évolution des paramètres mécaniques semble être principalement reliée à la cinétique d'évolution des ruptures de fibres pour cette orientation (JP\_0).

En ce qui concerne la fissuration matricielle, elle semble évoluer d'une manière similaire lors des deux premières phases pour tous les niveaux de contrainte. La première phase présente très peu de fissures matricielles, leur nombre augmente ensuite lentement durant la deuxième phase avant de s'accélérer rapidement lors la troisième phase (plus marquée pour les faibles niveaux de contrainte). Ces résultats sont cohérents avec les observations effectuées sur les résidus de corrélation d'images.

Pour les composites JP\_45, très peu de ruptures de fibres sont observées pour les faibles niveaux de contrainte. Le nombre d'évènements relatifs aux fissures matricielles est plus important que pour les composites JP\_0. Leur cinétique d'évolution correspond bien à celle

identifiée par  $\mu$ -tomographie X. Contrairement à ce qui a observé pour les composites JP\_0, les fissures matricielles se développent plus durant l'essai de fatigue. Cependant, elles sont quasi-absentes durant la première phase où ont lieu principalement des décohésions fibre/matrice.

Les forts niveaux de contraintes sont caractérisés par un nombre plus important de ruptures de fibres. Leur cinétique d'évolution commence à s'accélérer à partir de la phase II.

### II.4.2. Relation entre l'évolution des paramètres mécaniques et celle des modes d'endommagement

La figure IV.24 présente l'évolution de la proportion des mécanismes d'endommagement et celle du module élastique sécant pour les niveaux de contraintes 50 % et 80 % de  $\sigma_R$ . La proportion de chaque mécanisme d'endommagement obtenu par EA est calculée par la relation suivante :

$$P_{Ci} = \frac{ne_{Ci}(N)}{n_T} \quad \text{Equation IV.3}$$

où :  $ne_{Ci}(N)$  représente le nombre d'événements relatifs au mécanisme d'endommagement  $Ci$  et  $n_T$  représente le nombre total d'événement enregistré à la fin de l'essai de fatigue.

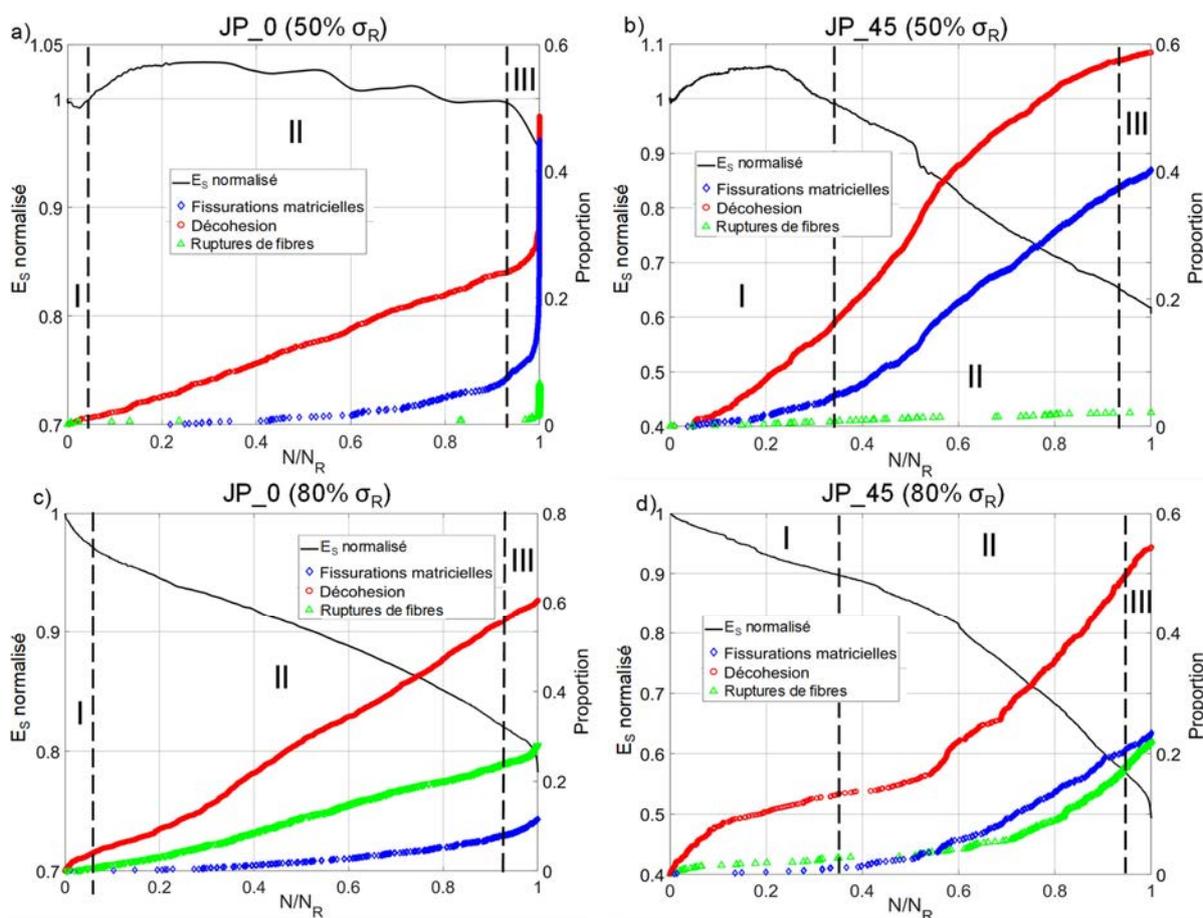


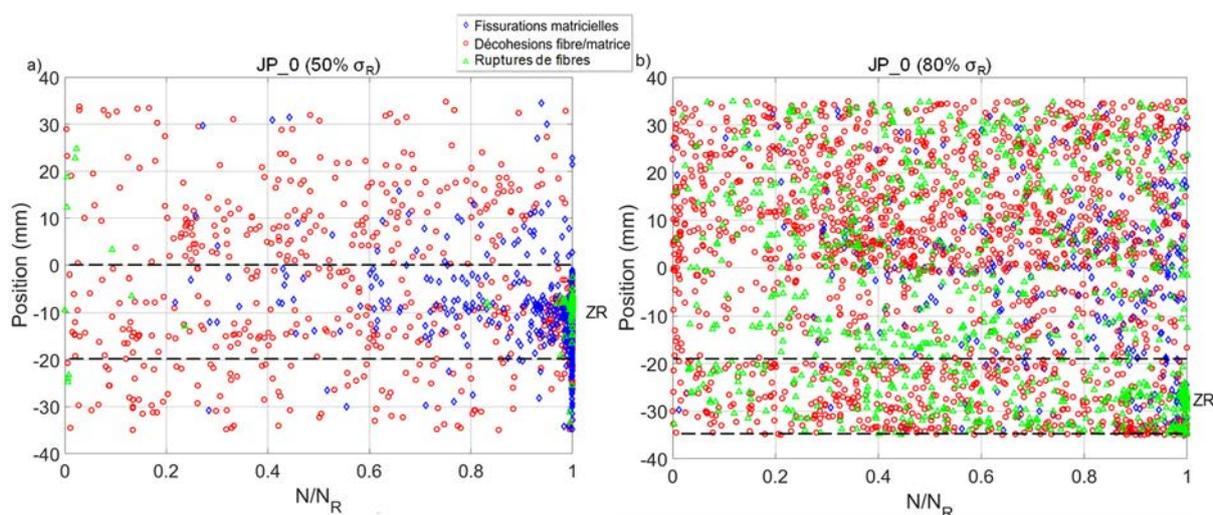
Figure IV.24. Evolution de la proportion des mécanismes d'endommagement et du module élastique sécant en fonction de  $N/N_R$ . JP\_0 (a et c) ; JP\_45(b et d).

Pour les composites JP\_0, l'évolution du module élastique sécant est corrélée avec la cinétique d'évolution des ruptures de fibres. Pour les faibles niveaux de contrainte, les ruptures de fibres se produisent majoritairement à la fin de l'essai (phase III) et un peu durant la phase I accompagnées d'une chute rapide du module élastique sécant. Bien que la phase II soit caractérisée par un développement important des décohésions fibre/matrice et de quelques fissures matricielles, le module élastique sécant augmente lors de cette dernière. En effet, les fils non rompus vont se réaligner et apporter une rigidification dans le sens de sollicitation.

La localisation des événements relatifs à chaque mécanismes d'endommagement (figure IV.25) indique que les ruptures de fibres à la fin de l'essai sont totalement localisées dans la zone de rupture (ZR) de l'éprouvette testée à 50% de  $\sigma_R$ . On remarque que ces dernières sont précédées par une accélération du développement des fissures matricielles et des décohésions fibre/matrice dans la même zone. Il est important de noter que la zone de rupture correspond à celle où les fissures matricielles se sont le plus développées lors de l'essai de fatigue. Cela indique que pour les faibles niveaux de contrainte, les fissures matricielles créées ont tendance à se propager lors des cycles de fatigue.

Par ailleurs, les observations tomographiques et les résidus de corrélation d'images ont mis en évidence un développement précoce et important des décohésions fibre/matrice au sein des fils transversaux. Cela confirme d'une part que les fissures matricielles se sont amorcées à partir des décohésions existantes à l'intérieur des fils transversaux et permet d'expliquer d'autre part leur apparition localisée dans la zone de rupture. En effet, le développement des décohésions fibre/matrice dans les fils transversaux crée des défauts au sein du composite. Ainsi les fissures vont se développer dans la zone riche en matrice la plus fragile et se propager ensuite au cours des cycles.

Une estimation de la charge que peut supporter chaque constituant (matrice et fibres) est réalisée en multipliant sa fraction volumique par sa charge maximale à rupture. Pour les fibres, on considère la charge moyenne supportée par un fil (~ 55 N) multipliée par le nombre total des fils (~ 64). Elle est estimée à 3500 N pour les renforts et à 3100 N pour la matrice. La charge appliquée lors de l'essai effectué à 50 % est d'environ 2600 N, en dessous de ce que peuvent supporter les deux constituants. Pendant la fatigue à ce niveau de contrainte, la fissuration matricielle se développe lentement, engendrant un transfert de charge progressif de la matrice vers les fils, ces derniers étant suffisamment résistants mécaniquement pour supporter la charge totale appliquée. Toutefois, vers la fin de l'essai, lorsque les fissures matricielles coalescent pour se développer sur toute la section de l'éprouvette (correspondant à la zone de rupture) et lorsque les décohésions fibre/matrice se sont propagées le long des fils, notamment les fils longitudinaux, la charge n'est plus supportée que par les fils de jute longitudinaux, et ceux-ci vont se rompre rapidement pour conduire à la ruine totale de l'éprouvette.



**Figure IV.25. Localisation des événements d'EA pour chaque mécanisme d'endommagement en fonction de  $N/N_R$  pour les éprouvettes du composite JP\_0. a) 50%  $\sigma_R$ ; b) 80%  $\sigma_R$ .**

Pour les essais effectués à forts niveaux de contraintes, la rupture des fibres se produit de façon continue tout le long de l'essai. Le module élastique sécant diminue avec la même tendance.

La localisation des événements relatifs aux différents mécanismes d'endommagement pour ces niveaux de chargement (figure IV.25.b) met en évidence une répartition homogène des ruptures de fibres et des fissurations matricielles sur toute la longueur de l'éprouvette. Cependant, une concentration des ruptures de fibres est observée dans la zone de rupture.

Le frottement interne enregistré pour ce niveau de contrainte est important et évolue aussi avec la même tendance que celle des ruptures de fibres indiquant ainsi un développement important des décohésions des fibres longitudinales.

Pour ce niveau de contrainte, la charge appliquée lors de l'essai de fatigue (4100 N), est supérieure à celle que peuvent supporter les fils de jute seuls et la matrice seule. La fissuration matricielle est très faible lors des premiers cycles, mais les fils sont très tôt sollicités à un niveau de charge très élevé et le développement important des décohésions fibres/matrice au sein des fils longitudinaux dès le début de l'essai explique le nombre important de rupture de fibres observées. En effet, ces dernières supportent une charge plus élevée que la matrice. D'autre part, les fissures matricielles créées ne se propagent pas car la durée de vie est trop courte. Cela explique la densité de fissures matricielles relativement faible. Ainsi, lorsque le nombre de fibres rompues augmente considérablement, la charge supportée par la matrice devient de plus en plus importante. La charge appliquée lors de l'essai étant supérieure à celle que la matrice peut supporter seule, celle-ci va se rompre et conduire à la ruine totale de l'éprouvette.

Pour les composites JP\_45, l'effet de la contrainte est moins marqué sur l'évolution du module élastique sécant. On distingue également deux comportements pour cette orientation. A faible niveau de contrainte, le comportement est contrôlé par la fissuration matricielle et les décohésions fibre/matrice. En effet, les fils n'apportent pas de compensation dans le sens de sollicitation contrairement aux composites JP\_0. Cela explique aussi les chutes plus importantes du module élastique pour ce composite.

A la fin de l'essai de fatigue, la rupture se produit lorsque les fissures matricielles se propagent sur toute la section de l'éprouvette.

A fort niveau de contrainte, le mode de rupture est proche de celui des composites JP\_0. La ruine de l'éprouvette se produit par le développement rapide des ruptures de fibres dont la cinétique s'accélère au début de la phase II expliquant également les durées de vie très courtes.

### **III. Scénario d'endommagement des composites en fatigue cyclique**

L'ensemble des résultats présentés dans ce chapitre permet de proposer un scénario d'endommagement des composites jute/polyester sollicités en fatigue cyclique. Pour chaque type de composite, le scénario d'endommagement dépend du niveau de chargement. Mais globalement, on retrouve l'évolution en trois phases qui est caractéristique des matériaux composites sollicités en fatigue cyclique.

#### **III.1. Composite JP\_0**

Le composite JP\_0 se déforme peu et présente une perte de rigidité moins importante que le composites JP\_45. Pour les faibles niveaux de contraintes, le comportement est principalement contrôlé par les fissures matricielles (figure IV.26) :

- La phase I, pour laquelle les paramètres mécaniques évoluent rapidement, est caractérisée par l'endommagement initial de l'interface fibres/matrice au sein des fils transversaux et par les ruptures de quelques fibres (les plus faibles). Cette phase est relativement courte.

- La phase II pour laquelle le module élastique sécant augmente, correspond à la multiplication des décohésions fibre/matrice à l'intérieur des fils transversaux et le développement de quelques fissures matricielles. Très peu de ruptures de fibres sont observées durant cette phase. Ceci permet d'observer la rigidification du composite lié au réalignement des fils.

- La phase III, pour laquelle l'évolution des paramètres mécaniques s'accélère rapidement, est caractérisée par la propagation des fissures matricielles transverses, le développement important des décohésions fibre/matrice au sein des fils longitudinaux qui va conduire à la rupture des fibres et à la ruine totale de l'éprouvette.

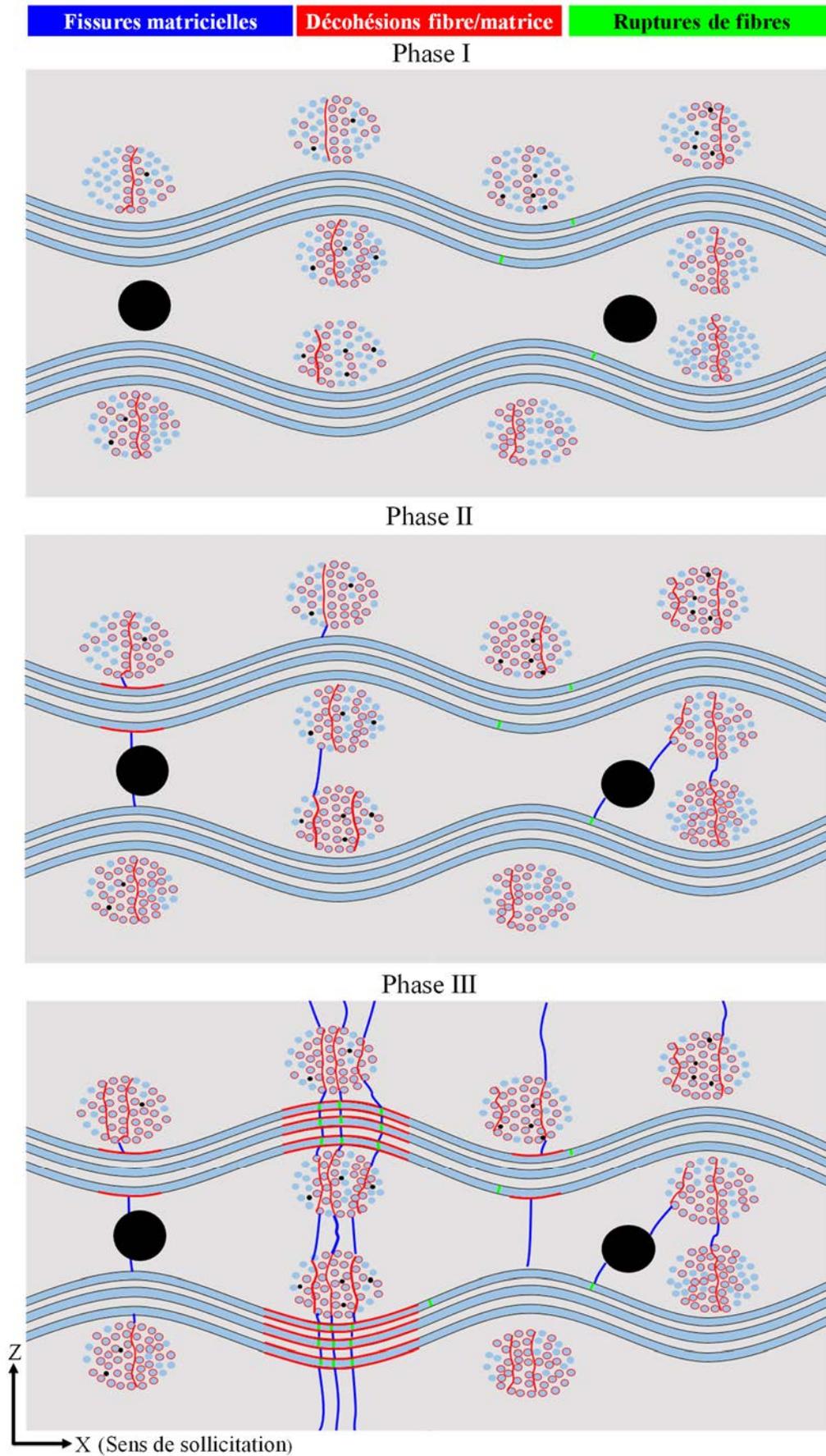


Figure IV.26. Scénario d'endommagement en fatigue du composite JP\_0 pour les faibles niveaux de contraintes.

Pour les forts niveaux de contraintes, le comportement est contrôlé par la rupture des fibres (figure IV.27) :

- La phase I très brève est caractérisée par la rupture de quelques fibres et le développement rapide des décohésions fibre/matrice.

- La phase II est caractérisée par la rupture continue des fibres résultant de l'endommagement important de l'interface fibres/matrice au sein des fibres longitudinales et par le développement de quelques fissures matricielles.

- Lorsque les ruptures de fibres se multiplient, la charge supportée par la matrice devient plus importante qui va se fissurer, conduisant à la ruine totale de l'éprouvette. Cette dernière phase correspond à la phase III.

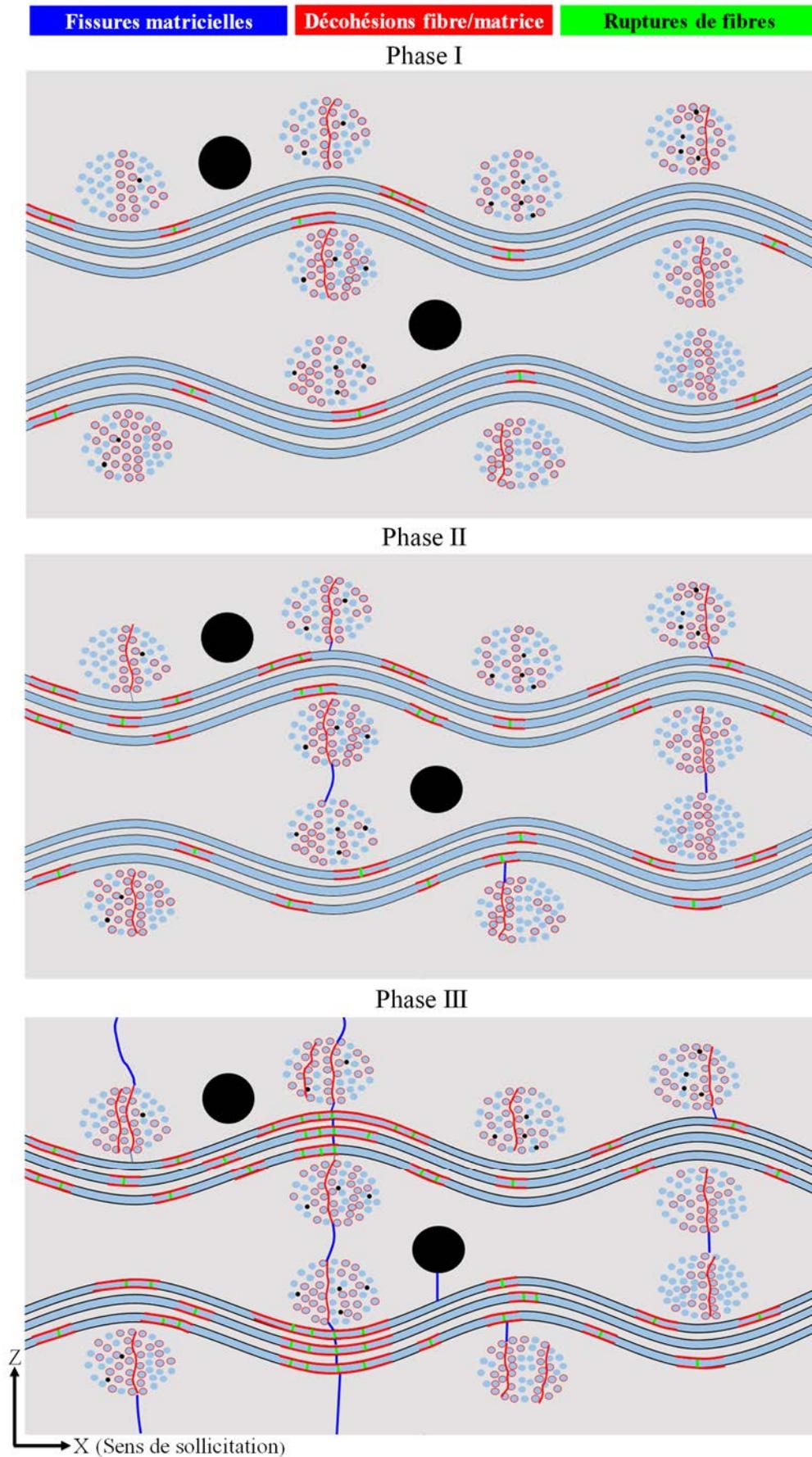


Figure IV.27. Scénario d'endommagement en fatigue du composite JP\_0 pour les forts niveaux de contrainte.

**III.2. Composite JP\_45**

Les composites JP\_45 se déforment fortement lors de l'essai de fatigue et sont caractérisés par une perte de rigidité importante, sauf au début des essais à 50 % de  $\sigma_R$  où le module élastique augmente suite à la réorientation des fils dans le sens de sollicitation. La perte de rigidité est due à l'orientation des fibres à  $\pm 45^\circ$  par rapport au sens de sollicitation. La désorientation des fibres favorise aussi le développement des décohésions fil/matrice constaté sur l'évolution du frottement interne et de l'endommagement matriciel.

Pour les faibles niveaux de contraintes, le comportement est contrôlé par la matrice (figure IV.28) :

- La phase I est caractérisée par le développement des décohésions fil/matrice et de quelques fissures matricielles.

- La phase II correspond à la multiplication rapide des décohésions fils/matrice qui vont favoriser le développement et la propagation des fissures matricielles.

- La phase III peu marquée pour ces niveaux de chargement, correspond au moment où les fissures matricielles se propagent sur toute la zone de rupture de l'éprouvette conduisant à la ruine totale de celle-ci. Très peu de ruptures de fibres sont constatées.

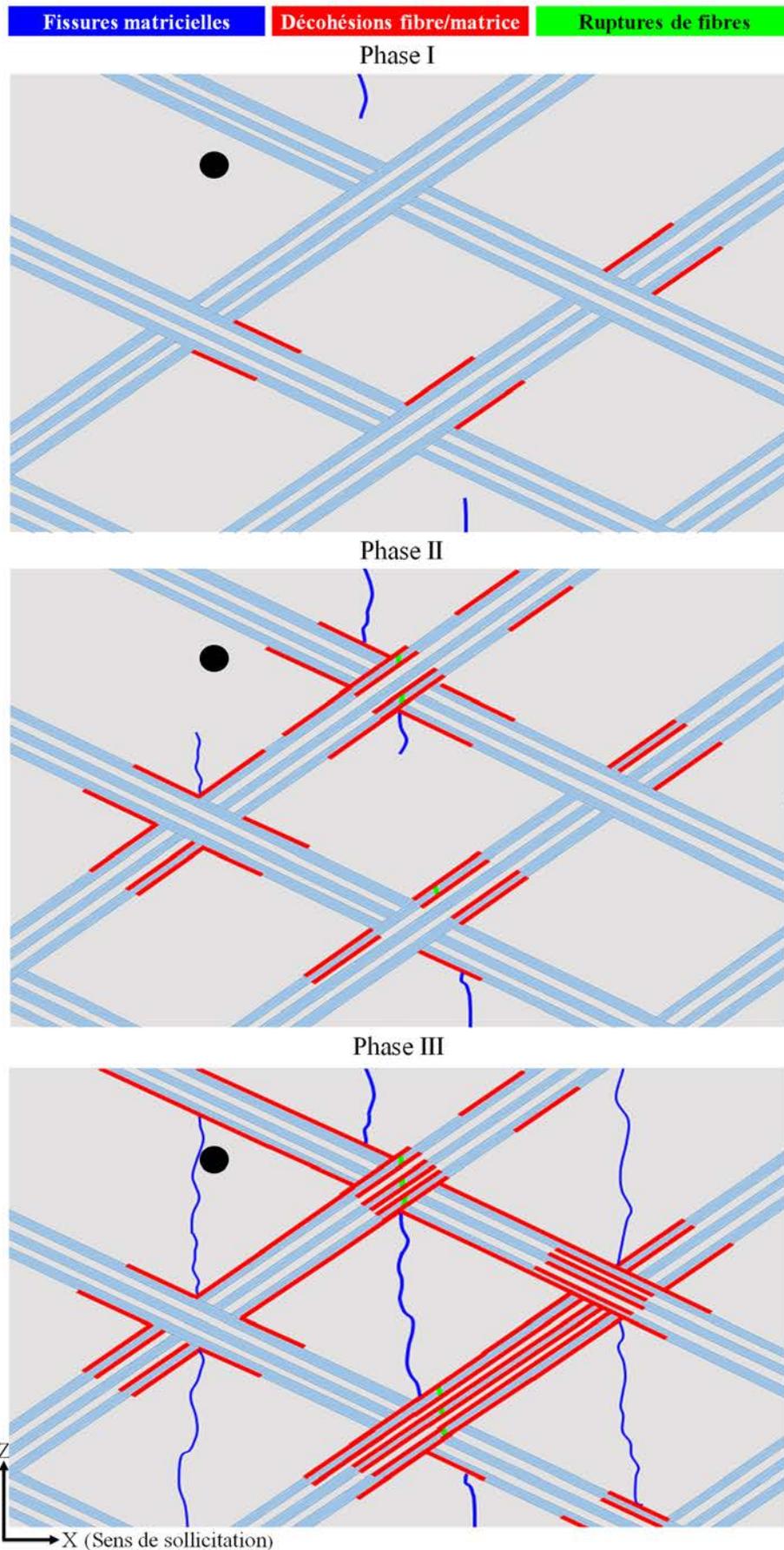


Figure IV.28. Scénario d'endommagement en fatigue du composite JP\_45 pour les faibles niveaux de contraintes.

Pour les forts niveaux de contraintes, le comportement des JP\_45 se rapproche de celui des composites JP\_0. La ruine de l'éprouvette est contrôlée par les ruptures de fibres (figure IV.29) :

- La phase I est caractérisée par un développement rapide des décohésions fils/matrice.
- La phase II correspond au début du développement des ruptures de fibres et à l'apparition de quelques fissures matricielles.
- La phase III est caractérisée par l'accélération rapide des ruptures de fibres conduisant à la ruine totale de l'éprouvette.

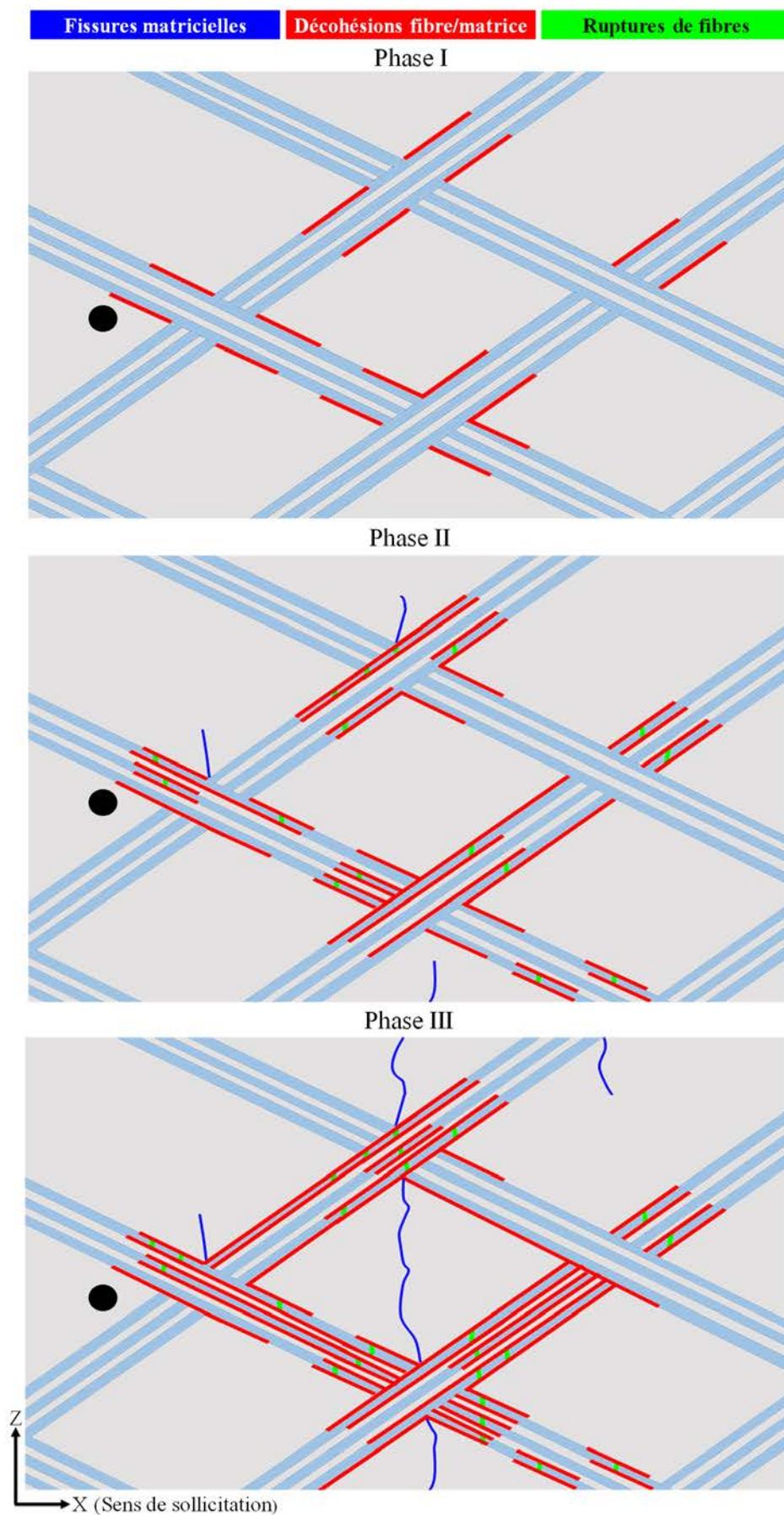


Figure IV.29. Scénario d'endommagement en fatigue du composite JP\_45 pour les forts niveaux de contraintes.

## IV. Conclusion de chapitre IV

Ce dernier chapitre porte sur la caractérisation du comportement mécanique et de l'endommagement d'un composite tissé jute/polyester sollicité en fatigue cyclique de type traction-traction ( $R = 0,01$  et  $f = 1$  Hz). Quatre niveaux de contraintes sont étudiés : 50 %, 60 %, 70% et 80% de  $\sigma_R$ .

Le diagramme de durée de vie est tout d'abord établi pour les deux orientations ( $[0]_8$  et  $[+45/-45]_{2s}$ ) en utilisant un modèle basé sur une loi puissance initialement développé pour des composites renforcés par des fibres de verre. Les deux orientations ont montré une cinétique de dégradation similaire. Cependant, le composite  $[0]_8$  (JP\_0) a montré une meilleure résistance relative en fatigue.

Une analyse exhaustive de l'endommagement en fatigue est ensuite réalisée en combinant quatre approches : la mesure des paramètres mécaniques pour chaque cycle, la corrélation d'images, la  $\mu$ -tomographie RX et l'émission acoustique

La mesure des paramètres mécaniques a révélé la présence de trois phases d'évolution de l'endommagement pour les deux orientations. Un effet plus marqué du niveau de contrainte appliquée sur l'évolution des paramètres mécaniques est constaté pour les composites JP\_0. Une augmentation du module élastique sécant est observée pour les faibles niveaux de contrainte, elle est associée à la rigidification du composite liée au réalignement des fils de jute.

Des observations après rupture par  $\mu$ -tomographie RX ont révélé la présence de multiples décohésions fibre/matrice au sein des fils transversaux pour les composites JP\_0 et des décohésions fil/matrice pour les composites JP\_45. En outre, ces observations ont permis de visualiser l'endommagement dans l'espace et de caractériser la densité de fissures matricielles pour chaque niveau de contrainte. Pour les deux orientations, la densité de fissures matricielles est d'autant plus importante que le niveau de chargement est faible avec une densité plus importante pour les composites  $[+45/-45]_{2s}$ . En effet, la matrice reprend plus d'effort pour cette orientation. Le calcul de densité de fissures matricielles a également permis de distinguer deux types de comportements : un comportement pour les faibles niveaux de contrainte (50% et 60 % de  $\sigma_R$ ) et un comportement pour les forts niveaux de contrainte (70% et 80 % de  $\sigma_R$ ).

Sur les reconstructions 3D des réseaux de fissures, un espacement plus ou moins régulier des plans de fissures est observé. Les fissures matricielles sont superposées sur les fils transversaux pour le composite JP\_0 confirmant que ces dernières se sont amorcées à partir des décohésions fibre/matrice développées au sein des fils transversaux.

Des essais de fatigue à 60 %  $\sigma_R$  instrumentés par corrélation d'images réalisées sur la face et sur la tranche des éprouvettes ont permis de suivre l'évolution de l'endommagement pour les deux types de composites. Pour les composites JP\_0, un développement très précoce des décohésions fibre/matrice au sein des fils transversaux est observé. Le nombre de ces fissures augmente au cours de l'essai de fatigue. Des endommagements parallèles au sens de sollicitation sont également observés. Ces derniers sont associés au développement des décohésions au sein des fils longitudinaux. Peu de fissures matricielles sont observées sur la face de l'éprouvette pour ce composite. Elles sont détectées uniquement sur la tranche. Les

résultats ont montré que le développement des fissures matricielles s'accélère fortement vers la fin de l'essai de fatigue.

Un essai de fatigue interrompu accompagné par des observations au  $\mu$ -tomographe a permis d'établir l'évolution de la densité de fissures matricielles en fonction de la durée de vie d'une éprouvette du composite JP\_45 testé à 60 % de  $\sigma_R$ . Une bonne corrélation entre l'évolution de cette dernière et celle des paramètres mécaniques est trouvée.

La technique de l'émission acoustique est utilisée pour suivre l'apparition de l'endommagement tout le long des essais de fatigue. Les signaux d'EA sont directement labellisés par classification supervisée en utilisant une bibliothèque de signaux établie à l'aide des essais de traction monotone. La cinétique d'évolution des différents modes d'endommagement est déterminée. Pour les deux orientations, les résultats ont mis en évidence un nombre plus important d'événements relatifs aux fissures matricielles pour les faibles niveaux de contrainte (plus marqué pour les JP\_45) en accord avec les résultats des analyses tomographiques. Cependant les forts niveaux de contraintes sont caractérisés par un nombre de ruptures de fibres plus important (plus marqué pour les JP\_0) expliquant ainsi les durées de vie courtes lorsque le niveau de chargement augmente.

Tous ces résultats ont permis de proposer un scénario d'endommagement pour chaque orientation sollicitée en fatigue cyclique. Pour les faibles niveaux de contraintes, le comportement est contrôlé par la matrice, et pour les forts niveaux de contraintes le comportement est contrôlé par les fibres.



---

# Conclusion générale et perspectives

L'objectif de cette thèse est la caractérisation du comportement mécanique et de l'endommagement d'un composite à matrice polyester renforcée par des tissus de jute. Les fibres d'origine végétale constituent en effet une alternative écologique intéressante à l'utilisation des fibres synthétiques, en particulier les fibres de verre qui sont les plus utilisées pour les pièces composites de grande diffusion. Toutefois, le développement de l'usage industriel de ces composites renforcés par des fibres végétales nécessite une compréhension fine et approfondie de leur comportement mécanique, notamment sous chargement répété. Dans ce contexte, un composite tissus de jute/polyester a été développé au sein du Laboratoire des Matériaux Non Métalliques à l'Institut d'Optique et Mécanique de Précision, Université de Sétif 1, Algérie. Des composites avec deux orientations différentes du renfort fibreux ( $[0]_8$  et  $[+45/-45]_{2s}$ ) ont été élaborés par moulage au contact. La caractérisation mécanique de ces matériaux est effectuée en traction et en compression monotones uniaxiales ainsi qu'en fatigue cyclique. Les caractérisations mécaniques et microstructurales ont été réalisées au sein du laboratoire MATEIS.

L'étude bibliographique a permis de recenser les principaux travaux réalisés sur les composites renforcés par des fibres de jute et des fibres végétales en général sous chargement quasi-statique et répété. Un manque sur la compréhension de l'endommagement de ces composites sollicités mécaniquement est souligné. En outre, des techniques *in-situ* de caractérisation de l'endommagement des composites telles que la mesure des paramètres mécaniques lors d'essais cyclés et de fatigue (module élastique sécant, frottement interne et déformation résiduelle), l'émission acoustique, la tomographie à rayons X ainsi que la corrélation d'images ont été abordées dans cette partie. Les avantages ainsi que les limites de chacune de ces techniques sont mises en évidence. A l'issue de ces constats, une démarche d'analyse basée sur la combinaison de ces différentes approches a été mise en place pour aboutir à la proposition d'un scénario d'endommagement des composites jute/polyester sous ces modes de sollicitations mécaniques.

Tout d'abord, la caractérisation est effectuée en traction et compression monotones. La mesure des paramètres mécaniques réalisée *via* des essais cyclés couplée avec l'analyse globale de l'émission acoustique a permis d'identifier la dynamique de l'évolution de

## **CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES**

l'endommagement pour les deux composites étudiés. Pour le composite  $[0]_8$  sollicité en traction, trois phases d'évolution de l'endommagement ont été identifiées. Pour les composites  $[+45/-45]_{2s}$ , l'endommagement évolue de manière plus progressive.

La caractérisation des composites en compression monotone a mis en évidence un comportement similaire pour les deux orientations. Les propriétés mécaniques mesurées sont cependant plus importantes qu'en traction monotone, du fait de la résistance élevée de la matrice polyester sollicitée en compression. L'analyse globale de l'émission acoustique indique que la plus grande partie de l'endommagement se développe vers la fin des essais de compression. Une évolution importante des paramètres mécaniques lors des essais cyclés est toutefois constatée, associée à l'apparition d'un phénomène physique peu émissif tel que le flambage des fibres.

Après avoir identifié la dynamique de l'endommagement global, une analyse microstructurale fine des différents mécanismes d'endommagement des éprouvettes rompues a été réalisée à l'aide des techniques microscopiques (microscopie électronique à balayage et microscopie optique) et des observations tomographiques. Ces analyses ont permis d'identifier trois mécanismes d'endommagement principaux en traction :

- Décohésions fibre/matrice, mécanisme prépondérant pour les deux configurations (plus marqué pour les  $[+45/-45]_{2s}$ ).
- Création de fissures matricielles, peu nombreuses et majoritairement détectées vers la zone de rupture.
- Ruptures et déchaussements des fibres.

Pour les essais de compression, le délaminage est observé en plus des trois mécanismes d'endommagement identifiés en traction quasi-statique.

Les essais de traction instrumentés par corrélation d'images ont permis d'avoir des informations sur la chronologie de l'endommagement :

- Les décohésions fibre/matrice, mécanisme prépondérant, apparaissent en premier, juste après le franchissement de la limite élastique.
- les fissures matricielles apparaissent majoritairement vers la fin de l'essai et se propagent par coalescence des décohésions fibre/matrice développées au sein des fils transversaux pour les composites  $[0]_8$ .

L'identification de la chronologie ainsi que la cinétique d'évolution des mécanismes d'endommagement par émission acoustique ont ensuite été effectuées. Tout d'abord, la segmentation des données d'émission acoustique a été réalisée en utilisant une méthodologie de reconnaissance de forme non supervisée, développée au sein du laboratoire de MATEIS. Une attention particulière a été portée au choix des descripteurs pour la classification. En effet, un facteur qui permet de calculer le degré de pertinence d'un descripteur a été ajouté pour cette étude. Les analyses ont conduit à l'obtention de trois classes de signaux pour les deux orientations testées en traction quasi-statique. La signature acoustique de chacune d'elles est identifiée en soulignant les différences entre chaque classe. Pour la validation de ces classes,

## **CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES**

une méthodologie basée sur des essais de traction interrompue (accompagnés par des analyses microstructurales) et des essais de traction *in-situ* sous tomographe a été mise en place. Ces deux approches ont permis d'identifier la chronologie d'apparition des mécanismes d'endommagement en traction monotone. Enfin, les résultats des essais *in-situ*, les analyses de l'endommagement après rupture, ainsi que les résultats de la corrélation d'images enregistrées pendant les essais ont permis de proposer une labellisation des classes d'EA obtenues en traction monotone:

- Classe 1 : fissuration matricielle (signaux de faible amplitude et faible fréquence), elle s'active vers le milieu de l'essai avec une accélération de sa cinétique d'évolution vers la fin de l'essai.

- Classe 2 : décohésions fibre/matrice (faible amplitude, fréquence élevée), classe majoritaire, elle s'active en premier juste après le franchissement de la limite élastique.

- Classe 3 : rupture et déchaussement des fibres (forte amplitude, fréquence intermédiaire), classe minoritaire, elle apparaît vers la fin de l'essai (juste avant la ruine totale de l'éprouvette pour les composites [+45/-45]<sub>2S</sub>). Les événements relatifs à cette classe sont majoritairement localisés dans la zone de rupture.

Pour les essais de compression, quatre classes de signaux d'émission acoustique ont été obtenues. La même labellisation des classes 1, 2 et 3 que celle adoptée en traction monotone est proposée car, ces trois classes présentent des caractéristiques similaires pour les deux modes de sollicitations. La quatrième classe quant à elle, est associée au délaminage entre les plis.

Enfin, toutes ces analyses ont permis d'aboutir à un scénario d'endommagement des composites pour les deux modes de sollicitations.

L'étude du comportement mécanique des composites en fatigue cyclique de type traction-traction ( $R=0,01$ ,  $f=1\text{Hz}$ ) a été par la suite réalisée. Quatre niveaux de contrainte ont été investigués (50 %, 60%, 70% et 80% de la contrainte à rupture en traction  $\sigma_R$ ). L'analyse de l'endommagement est tout d'abord réalisée via l'évolution des paramètres mécaniques. Cette approche a permis d'identifier trois phases d'évolution de l'endommagement pour les deux types de composites. Des observations de l'endommagement après rupture en fatigue sont ensuite réalisées par  $\mu$ -tomographie X. Elles ont permis de visualiser les endommagements dans le volume et de calculer les densités de fissures matricielles pour chaque niveau de contrainte. Les fissures matricielles sont d'autant plus importantes que le niveau de contrainte est faible.

Afin de suivre *in-situ* le développement de l'endommagement lors de la fatigue, des essais de fatigue effectués à 60 % de  $\sigma_R$  ont été instrumentés par corrélation d'images sur la face et la tranche des éprouvettes. Comme en traction monotone, les premiers endommagements observés sur les résidus sont les décohésions fibres/matrice. Ces essais ont également permis de visualiser le développement des fissures matricielles. Pour les composites [0]<sub>8</sub>, elles apparaissent majoritairement vers la fin de l'essai. En revanche, pour les composites [+45/-45]<sub>2S</sub>, elles évoluent de manière importante lors de l'essai. Un essai de fatigue interrompu accompagné par des observations tomographiques a permis en outre d'établir l'évolution de la densité de fissures matricielles en fonction du nombre de cycles d'une éprouvette du composite

## ***CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES***

---

[+45/-45]<sub>2S</sub> sollicitée à 60 % de  $\sigma_R$ . L'évolution de cette dernière est bien corrélée avec celle des paramètres mécaniques et de l'activité acoustique.

La chronologie d'évolution des mécanismes d'endommagement en fatigue par émission acoustique a été obtenue par classification supervisée à l'aide d'un logiciel RFCAM, basé sur une forêt d'arbres décisionnels. La bibliothèque des signaux d'EA a été créée à partir des signaux labellisés en traction monotone. Ces résultats ont mis en évidence une corrélation entre le niveau de contrainte et le nombre d'événements relatifs aux ruptures de fibres. En outre, les résultats obtenus par émission acoustique sont cohérents avec ceux de la tomographie à rayons X quant au développement des fissures matricielles.

Enfin, pour les deux composites étudiés, un scénario d'endommagement en fatigue est proposé pour les faibles niveaux de contraintes et pour les forts niveaux de contraintes. Le comportement est contrôlé par les ruptures de fibres pour les forts niveaux de contrainte. Pour les faibles niveaux de contraintes, le comportement est contrôlé par la fissuration de la matrice.

A l'issue de ces travaux, de nombreuses perspectives peuvent être proposées. Tout d'abord, on peut envisager d'optimiser le matériau jute/polyester. L'ensemble des résultats a montré que les décohésions fibre/matrice constituent l'endommagement prépondérant et précoce pour les différents modes de sollicitation. En effet, l'interface fibre/matrice relativement faible représente le point faible de ce matériau. Ainsi, on peut envisager dans un premier temps un traitement spécifique des fibres pour améliorer l'interface fibre/matrice. Une optimisation du procédé de fabrication peut également être effectuée pour diminuer le taux de porosités et augmenter le taux d'imprégnation de la résine dans les tissus de jute. Un autre point sur lequel il est possible d'agir pour améliorer la tenue mécanique est la fraction volumique des fibres. L'augmentation de cette dernière devrait conduire à des propriétés mécaniques du composite plus élevées.

Concernant l'analyse du comportement mécanique, on peut envisager d'étudier l'effet de différents paramètres d'essais sur les mécanismes d'endommagement tels que la température (faire par exemple des essais à une température supérieure à la température de transition de la matrice) et la vitesse de l'essai. Pour les essais de fatigue, on peut étudier l'effet de la fréquence et du rapport de chargement sur l'endommagement du composite. Ce dernier permettrait d'introduire en particulier des effets supplémentaires induits par un passage plus ou moins important en compression lors de la fatigue en traction/compression. On peut également envisager des essais à des niveaux de contraintes inférieurs à 50 % de  $\sigma_R$ , pour s'approcher de la limite de fatigue et étudier un domaine dans lequel l'évolution de l'endommagement est très lente. Mais se pose alors le problème expérimental des essais de très longues durées et de la difficulté de caractériser la dispersion des durées de vies dans ce domaine de contrainte.

La multi-instrumentation des essais s'est révélée très riche et une perspective intéressante pour les essais mécaniques instrumentés par corrélation d'images serait de réaliser la corrélation d'image 3D en utilisant deux caméras. Ce type d'essai permettrait d'avoir une information plus complète sur le développement de l'endommagement, notamment sur la multi-fissuration matricielle et son évolution lors de la fatigue.

## ***CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES***

---

D'un point de vue micromécanique, il serait intéressant de poursuivre l'analyse des mécanismes d'endommagement par les essais mécaniques *in-situ* sous tomographe et d'envisager en particulier de les réaliser sous synchrotron pour obtenir une plus grande résolution et améliorer la compréhension des mécanismes d'endommagement des fils et de leur décohésion avec la matrice.

Une autre perspective intéressante à envisager est le développement de méso-modèles par éléments-finis pour confirmer les effets sur le comportement mécanique macroscopique de ce composite des mécanismes microstructuraux d'endommagement identifiés dans cette thèse, et de les comparer aux résultats obtenus expérimentalement, notamment pour des sollicitations de longues durées telles que la fatigue mécanique.

En ce qui concerne l'émission acoustique, on peut envisager de développer une approche basée signal pour la classification des signaux d'EA. En effet, cette approche permet de s'affranchir du calcul des descripteurs et conduit ainsi à une segmentation plus rigoureuse et des résultats plus fiables. Dans ce contexte-là, on peut citer les travaux de Traore [229] et de Ramasso *et al.* [230]

La labellisation des classes proposée dans cette étude est basée sur la multi-instrumentation des essais mécaniques. Une autre approche plus quantitative pourrait être envisagée, il s'agit de la modélisation de l'émission acoustique. En effet, en modélisant les sources d'EA (fissuration matricielle, décohésion fibre/matrice, rupture de fibres et délaminage), ainsi que la propagation des ondes et l'effet des différents éléments de la chaîne d'acquisition, il est possible de calculer le signal numérique d'EA. Sa comparaison avec le signal expérimental permettrait de valider la labellisation proposée. Dans ce contexte, on peut citer par exemple les travaux de Sause *et al.* [224] et de Hammam *et al.* [231]

Enfin, une perspective importante à envisager pour l'étude du comportement en fatigue cyclique des composites, consiste à développer une approche *prognostics health management* (PHM) pour la prévision de la durée de vie à partir d'un modèle basé données. Le diagnostic de l'état de santé pourrait être réalisé à partir des résultats de la multi-instrumentation par fusion de données.



---

# Références bibliographiques

- [1] S. Liang. "Étude de comportement en fatigue des composites renforcés par fibres végétales. Prise en compte de la variabilité des propriétés" Thèse de doctorat. Université de Bourgogne. 2012.
- [2] D. Gay. "*Matériaux composites*", 5<sup>eme</sup> édit. Hermes Science, Lavoisier, 2005.
- [3] M. S. EL-Wazery, M. I. EL-Elamy, and S. H. Zoalfakar. "Mechanical Properties of Glass Fiber Reinforced Polyester Composites". *Int. J. Adv. Eng. Technol.* vol. 14, no. 3, pp. 121–131, 2017.
- [4] N. A. Nassir, R. S. Birch, W. J. Cantwell, Q. Y. Wang, L. Q. Liu, and Z. W. Guan. "The perforation resistance of glass fibre reinforced PEKK composites". *Polym. Test.* vol. 72, pp. 423–431, 2018.
- [5] M. J. Shukla, D. S. Kumar, K. K. Mahato, D. K. Rathore, R. K. Prusty, and B. C. Ray. "A comparative study of the mechanical performance of Glass and Glass/Carbon hybrid polymer composites at different temperature environments". *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* vol. 75, no. 1, 2015.
- [6] C. Baley. "Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites". *Tech. L'Ingénieur*, vol. AM, no. 5130, pp. 1–12, 2004.
- [7] C. Baley, Y. Perrot, F. Busnel, H. Guezenoc, and P. Davies. "Transverse tensile behaviour of unidirectional plies reinforced with flax fibres". *Mater. Lett.* vol. 60, no. 24, pp. 2984–2987, 2006.
- [8] C. Poilâne, Z. E. Cherif, F. Richard, A. Vivet, B. Ben Doudou, and J. Chen. "Polymer reinforced by flax fibres as a viscoelastoplastic material". *Compos. Struct.* vol. 112, no. 1, pp. 100–112, 2014.
- [9] S. Liang, P. B. Gning, and L. Guillaumat. "A comparative study of fatigue behaviour of flax/epoxy and glass/epoxy composites". *Compos. Sci. Technol.* vol. 72, no. 5, pp. 535–543, 2012.
- [10] S. Liang, P. Gning, and L. Guillaumat. "Properties evolution of flax / epoxy composites under fatigue loading". *Int. J. Fatigue*, pp. 1–10, 2014.
- [11] T. Jeannin, X. Gabrion, E. Ramasso, and V. Placet. "About the fatigue endurance of unidirectional flax-epoxy composite laminates" *Compos. Part B Eng.* vol. 165, pp. 690–701, 2019.
- [12] I. El Sawi, Z. Fawaz, R. Zitoune, and H. Bougherara. "An investigation of the damage mechanisms and fatigue life diagrams of flax fiber-reinforced polymer laminates". *J. Mater. Sci.* vol. 49, no. 5, pp. 2338–2346, 2014.
- [13] S. Liang, P. B. Gning, and L. Guillaumat. "Quasi-static behaviour and damage assessment of flax/epoxy composites". *Mater. Des.* vol. 67, pp. 344–353, 2015.
- [14] A. Monti, A. El Mahi, Z. Jendli, and L. Guillaumat. "Mechanical behaviour and damage mechanisms analysis of a flax-fibre reinforced composite by acoustic emission". *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* vol. 90, pp. 100–110, 2016.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- [15] E. H. Saidane, D. Scida, M. Assarar, and R. Ayad. “Damage mechanisms assessment of hybrid flax-glass fibre composites using acoustic emission”. *Compos. Struct.* vol. 174, pp. 1–11, 2017.
- [16] A. Chilali, W. Zouari, M. Assarar, H. Kebir, and R. Ayad. “Effect of water ageing on the load-unload cyclic behaviour of flax fibre-reinforced thermoplastic and thermosetting composites” *Compos. Struct.* vol. 183, no. 1, pp. 309–319, 2017.
- [17] P. Vincent. “Characterization of the thermo-mechanical behaviour of Hemp fibres intended for the manufacturing of high performance composites”. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* vol. 40, no. 8, pp. 1111–1118, 2009.
- [18] C. Bonnafous, F. Touchard, and L. Chocinski-Arnault, “Damage mechanisms in hemp-fibre woven fabric composite, and comparison with glass-fibre composite,” *Polym. Polym. Compos.*, vol. 19, no. 7, pp. 543–552, 2011.
- [19] D. S. De Vasconcellos, F. Touchard, and L. Chocinski-Arnault, “Tension-tension fatigue behaviour of woven hemp fibre reinforced epoxy composite: A multi-instrumented damage analysis,” *Int. J. Fatigue*, vol. 59, pp. 159–169, 2014.
- [20] D. S. De Vasconcellos *et al.*, “Influence of low velocity impact on fatigue behaviour of woven hemp fibre reinforced epoxy composites,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 66, pp. 46–57, 2014.
- [21] V. Placet, O. Cissé, and M. Lamine Boubakar, “Nonlinear tensile behaviour of elementary hemp fibres. Part I: Investigation of the possible origins using repeated progressive loading with in situ microscopic observations,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 56, pp. 319–327, 2014.
- [22] A. Perrier, F. Touchard, L. Chocinski-Arnault, and D. Mellier, “Quantitative analysis by micro-CT of damage during tensile test in a woven hemp/epoxy composite after water ageing,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 102, pp. 18–27, 2017.
- [23] A. Perrier, F. Touchard, L. Chocinski-Arnault, and D. Mellier, “Influence of water on damage and mechanical behaviour of single hemp yarn composites,” *Polym. Test.*, vol. 57, pp. 17–25, 2017.
- [24] A. K. Mohanty and M. Misra, “Studies on Jute Composites—a Literature Review,” *Polym. Plast. Technol. Eng.*, vol. 34, no. 5, pp. 729–792, 1995.
- [25] T. Munikenche Gowda, A. C. B. Naidu, and R. Chhaya, “Some mechanical properties of untreated jute fabric-reinforced polyester composites,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 30, no. 3, pp. 277–284, 1999.
- [26] B. Singh, M. Gupta, and A. Verma, “The durability of jute fibre-reinforced phenolic composites,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 60, no. 4, pp. 581–589, 2000.
- [27] A. A. Shaikh and S. A. Channiwala, “Experimental and analytical investigation of jute polyester composite for long continuous fiber reinforcement,” *J. Reinf. Plast. Compos.*, vol. 25, no. 8, pp. 863–873, 2006.
- [28] H. M. Akil, L. W. Cheng, Z. A. Mohd Ishak, A. Abu Bakar, and M. A. Abd Rahman, “Water absorption study on pultruded jute fibre reinforced unsaturated polyester composites,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 69, no. 11–12, pp. 1942–1948, 2009.
- [29] H. M. Akil, I. M. De Rosa, C. Santulli, and F. Sarasini, “Flexural behaviour of pultruded jute/glass and kenaf/glass hybrid composites monitored using acoustic emission,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 527, no. 12, pp. 2942–2950, 2010.
- [30] M. R. Hossain, M. A. Islam, A. Van Vuurea, and I. Verpoest, “Tensile behavior of environment friendly jute epoxy laminated composite,” *Procedia Eng.*, vol. 56, pp. 782–788, 2013.
- [31] V. Mishra and S. Biswas, “Physical and mechanical properties of bi-directional jute fiber epoxy composites,” *Procedia Eng.*, vol. 51, no. NUIcone 2012, pp. 561–566, 2013.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- [32] H. M. Akil, C. Santulli, F. Sarasini, J. Tirillò, and T. Valente, “Environmental effects on the mechanical behaviour of pultruded jute/glass fibre-reinforced polyester hybrid composites,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 94, pp. 62–70, 2014.
- [33] A. Gopinath, M. Senthilkumar, and A. Babu, “Evaluation of Mechanical Properties and Microstructure of Polyester and Epoxy Resin Matrices Reinforced with Jute, E-glass and coconut Fiber,” *Mater. Today Proc.*, vol. 5, no. 9, pp. 20092–20103, 2018.
- [34] M. Indra Reddy, M. Anil Kumar, and C. Rama Bhadri Raju, “Tensile and Flexural properties of Jute, Pineapple leaf and Glass Fiber Reinforced Polymer Matrix Hybrid Composites,” *Mater. Today Proc.*, vol. 5, no. 1, pp. 458–462, 2018.
- [35] H. Singh, J. I. P. Singh, S. Singh, V. Dhawan, and S. K. Tiwari, “A Brief Review of Jute Fibre and Its Composites,” *Mater. Today Proc.*, vol. 5, no. 14, pp. 28427–28437, 2018.
- [36] M. F. Omar, H. Jaya, and N. N. Zulkepli, *Kenaf Fiber Reinforced Composite in the Automotive Industry*, vol. 9, no. c. Elsevier Ltd., 2019.
- [37] K. Senthilkumar *et al.*, “Mechanical properties evaluation of sisal fibre reinforced polymer composites: A review,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 174, pp. 713–729, 2018.
- [38] R. M. Kozłowski and M. Mackiewicz-Talarczyk, *Handbook of Natural Fibres: Types, Properties and Factors Affecting Breeding and Cultivation*. Woodhead Publishing, 2012.
- [39] J. S. Rowell, R.M. Ham, “Characterization and factors effecting fiber properties,” *Nat. Polym. Agrofibers Compos.*, pp. 115–134, 2000.
- [40] M. Sood and G. Dwivedi, “Effect of fiber treatment on flexural properties of natural fiber reinforced composites: A review,” *Egypt. J. Pet.*, vol. 27, no. 4, pp. 775–783, 2018.
- [41] K. Goda and Y. Cao, “Research and Development of Fully Green Composites Reinforced with Natural Fibers,” *J. Solid Mech. Mater. Eng.*, vol. 1, no. 9, pp. 1073–1084, 2007.
- [42] J. Jayaramudu, B. R. Guduri, and A. Varada Rajulu, “Characterization of new natural cellulosic fabric *Grewia tilifolia*,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 79, no. 4, pp. 847–851, 2010.
- [43] P. K. Bajpai, I. Singh, and J. Madaan, “Development and characterization of PLA-based green composites: A review,” *J. Thermoplast. Compos. Mater.*, vol. 27, no. 1, pp. 52–81, 2014.
- [44] H. P. S. Abdul Khalil, A. H. Bhat, and A. F. Ireana Yusra, “Green composites from sustainable cellulose nanofibrils: A review,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 87, no. 2, pp. 963–979, 2012.
- [45] M. Thiruchitrabalam, A. Athijayamani, S. Sathiyamurthy, and A. Syed Abu Thaheer, “A review on the natural fiber-reinforced polymer composites for the development of roselle fiber-reinforced polyester composite,” *J. Nat. Fibers*, vol. 7, no. 4, pp. 307–323, 2010.
- [46] O. Faruk, A. K. Bledzki, H. P. Fink, and M. Sain, “Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000-2010,” *Prog. Polym. Sci.*, vol. 37, no. 11, pp. 1552–1596, 2012.
- [47] R. Masoodi and K. M. Pillai, “A study on moisture absorption and swelling in bio-based jute-epoxy composites,” *J. Reinf. Plast. Compos.*, vol. 31, no. 5, pp. 285–294, 2012.
- [48] M. A. Fuqua, S. Huo, and C. A. Ulven, “Natural fiber reinforced composites,” *Polym. Rev.*, vol. 52, no. 3–4, pp. 259–320, 2012.
- [49] D. Saravana Bavan and G. C. Mohan Kumar, “Potential use of natural fiber composite materials in India,” *J. Reinf. Plast. Compos.*, vol. 29, no. 24, pp. 3600–3613, 2010.
- [50] N. Abilash and M. Sivapragash, “Environmental Benefits of Eco-friendly Natural Fiber Reinforced Polymeric Composites Materials,” *Int. J. Appl. or Innov. Eng. Manag.*, vol. 2, no. 1, pp. 2319–4847, 2013.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- [51] J. Gassan and A. K. Bledzki, "Possibilities to improve the properties of natural fiber reinforced plastics by fiber modification - jute polypropylene composites," *Appl. Compos. Mater.*, vol. 7, no. 5–6, pp. 373–385, 2000.
- [52] B. C. Mitra, "Environment friendly composite materials: Biocomposites and green composites," *Def. Sci. J.*, vol. 64, no. 3, pp. 244–261, 2014.
- [53] L. Caramaro, "Fibres et fils à usage technique," *Tech. ingénieur Text. Tradit. Text. Tech.*, vol. 33, no. 0, pp. 1–15, 2005.
- [54] R. Foroutan, J. Nemes, H. Ghiasi, and P. Hubert, "Experimental investigation of high strain-rate behaviour of fabric composites," *Compos. Struct.*, vol. 106, pp. 264–269, 2013.
- [55] J. Xiao and C. Bathias, "Fatigue behaviour of unnotched and notched woven glass/epoxy laminates," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 50, no. 2, pp. 141–148, 1994.
- [56] A. Saaidia, A. Bezazi, A. Belbah, H. Bouchelaghem, F. Scarpa, and S. Amirouche, "Mechano-physical properties and statistical design of jute yarns," *Meas. J. Int. Meas. Confed.*, vol. 111, pp. 284–294, 2017.
- [57] M. E. H. BOURAHILI. "Caractérisation d'un composite verre / époxy Soutenue". Thèse de doctorat. Université de Sétif 1. 2014.
- [58] H. Bouguessir *et al.*, "Physico-chemical and mechanical characterization of Jute fabrics for civil engineering applications," *J. Comput. Methods Sci. Eng.*, vol. 18, no. 1, pp. 129–147, 2018.
- [59] D. Gon, K. Das, P. Paul, and S. Maity, "Jute Composites as Wood Substitute," *Int. J. Text. Sci.*, vol. 1, no. 6, pp. 84–93, 2013.
- [60] T. Hojo, X. U. Zhilan, Y. Yang, and H. Hamada, "Tensile properties of bamboo, jute and kenaf mat-reinforced composite," *Energy Procedia*, vol. 56, no. C, pp. 72–79, 2014.
- [61] S. Sathishkumar, A. V. Suresh, M. Nagamadhu, and M. Krishna, "The effect of alkaline treatment on their properties of Jute fiber mat and its vinyl ester composites," *Mater. Today Proc.*, vol. 4, no. 2, pp. 3371–3379, 2017.
- [62] F. S. De Assis, A. C. Pereira, F. D. C. G. Filho, É. P. Lima, S. N. Monteiro, and R. P. Weber, "Performance of jute non-woven mat reinforced polyester matrix composite in multilayered armor," *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 7, no. 4, pp. 535–540, 2018.
- [63] D. Zhao, K. Mao, Y. Yang, and H. Hamada, "Flexural behavior evaluation of needle-punched glass/jute hybrid mat reinforced polymer composites," *Procedia Eng.*, vol. 200, pp. 10–17, 2017.
- [64] J. M. Park, P. G. Kim, J. H. Jang, Z. Wang, B. S. Hwang, and K. L. DeVries, "Interfacial evaluation and durability of modified Jute fibers/polypropylene (PP) composites using micromechanical test and acoustic emission," *Compos. Part B Eng.*, vol. 39, no. 6, pp. 1042–1061, 2008.
- [65] Y. Yang, T. Ota, T. Morii, and H. Hamada, "Mechanical property and hydrothermal aging of injection molded jute/polypropylene composites," *J. Mater. Sci.*, vol. 46, no. 8, pp. 2678–2684, 2011.
- [66] A. Memon and A. Nakai, "Fabrication and mechanical properties of jute spun yarn/PLA unidirection composite by compression molding," *Energy Procedia*, vol. 34, pp. 830–838, 2013.
- [67] C. Baley, M. Lan, A. Bourmaud, and A. Le Duigou, "Compressive and tensile behaviour of unidirectional composites reinforced by natural fibres: Influence of fibres (flax and jute), matrix and fibre volume fraction," *Mater. Today Commun.*, vol. 16, no. November 2017, pp. 300–306, 2018.
- [68] M. Ramesh, K. Palanikumar, and K. H. Reddy, "Comparative evaluation on properties of hybrid

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- glass fiber-sisal/jute reinforced epoxy composites,” *Procedia Eng.*, vol. 51, no. NUICONE 2012, pp. 745–750, 2013.
- [69] X. Zhou, S. H. Ghaffar, W. Dong, O. Oladiran, and M. Fan, “Fracture and impact properties of short discrete jute fibre-reinforced cementitious composites,” *Mater. Des.*, vol. 49, pp. 35–47, 2013.
- [70] H. Bisaria, M. K. Gupta, P. Shandilya, and R. K. Srivastava, “Effect of Fibre Length on Mechanical Properties of Randomly Oriented Short Jute Fibre Reinforced Epoxy Composite,” *Mater. Today Proc.*, vol. 2, no. 4–5, pp. 1193–1199, 2015.
- [71] R. Basak, P. L. Choudhury, and K. M. Pandey, “Effect of Temperature Variation on Surface Treatment of Short Jute Fiber-Reinforced Epoxy Composites,” *Mater. Today Proc.*, vol. 5, no. 1, pp. 1271–1277, 2018.
- [72] D. S. Bhowmick M, “Mechanical Properties of Unidirectional Jute-Polyester Composite,” *J. Text. Sci. Eng.*, vol. 05, no. 04, 2015.
- [73] C. Santulli, “Post-impact damage characterisation on natural fibre reinforced composites using acoustic emission,” *NDT E Int.*, vol. 34, no. 8, pp. 531–536, 2001.
- [74] B. A. Acha, N. E. Marcovich, and J. Karger-Kocsis, “Biodegradable jute cloth reinforced thermoplastic copolyester composites: fracture and failure behaviour,” *Plast. Rubber Compos.*, vol. 35, no. 2, pp. 73–82, 2006.
- [75] I. M. De Rosa, C. Santulli, F. Sarasini, and M. Valente, “Post-impact damage characterization of hybrid configurations of jute/glass polyester laminates using acoustic emission and IR thermography,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 69, no. 7–8, pp. 1142–1150, 2009.
- [76] K. Sever, M. Sarikanat, Y. Seki, G. Erkan, and Ü. H. Erdoğan, “The mechanical properties of  $\gamma$ -methacryloxypropyltrimethoxy silane-treated jute/polyester composites,” *J. Compos. Mater.*, vol. 44, no. 15, pp. 1913–1924, 2010.
- [77] M. K. Hossain, M. W. Dewan, M. Hosur, and S. Jeelani, “Mechanical performances of surface modified jute fiber reinforced biopol nanophased green composites,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 42, no. 6, pp. 1701–1707, 2011.
- [78] K. Sever, M. Sarikanat, Y. Seki, G. Erkan, Ü. H. Erdoğan, and S. Erden, “Surface treatments of jute fabric: The influence of surface characteristics on jute fabrics and mechanical properties of jute/polyester composites,” *Ind. Crops Prod.*, vol. 35, no. 1, pp. 22–30, 2012.
- [79] C. Santulli *et al.*, “Mechanical behaviour of jute cloth/wool felts hybrid laminates,” *Mater. Des.*, vol. 50, pp. 309–321, 2013.
- [80] S. D. Pandita, X. Yuan, M. A. Manan, C. H. Lau, A. S. Subramanian, and J. Wei, “Evaluation of jute/glass hybrid composite sandwich: Water resistance, impact properties and life cycle assessment,” *J. Reinf. Plast. Compos.*, vol. 33, no. 1, pp. 14–25, 2014.
- [81] N. Ahmad, D. M. Reddy, and K. B. Saheb, “Experimental Investigation on Hybrid Composites for characterization and prediction of properties,” vol. 6, no. 5, pp. 1704–1712, 2016.
- [82] G. Ma, L. Yan, W. Shen, D. Zhu, L. Huang, and B. Kasal, “Effects of water, alkali solution and temperature ageing on water absorption, morphology and mechanical properties of natural FRP composites: Plant-based jute vs. mineral-based basalt,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 153, no. September, pp. 398–412, 2018.
- [83] K. K. Graceraj, P. Prabakaran, G. Venkatachalam and G. SHANKAR, “Investigations Into Tensile Strength of Jute Fiber Reinforced Hybrid Polymer Matrix Composites,” *Eng. Rev.*, vol. 36, no. 1, pp. 13–18, 2016.
- [84] D. Plackett, T. L. Andersen, W. B. Pedersen, and L. Nielsen, “Biodegradable composites based

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- on L-poly lactide and jute fibres,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 63, no. 9, pp. 1287–1296, 2003.
- [85] R. H. Hu *et al.*, “A fabrication process of high volume fraction of jute fiber/poly lactide composites for truck liner,” *Int. J. Precis. Eng. Manuf.*, vol. 13, no. 7, pp. 1243–1246, 2012.
- [86] H. Bouguessir and E. Harkati, “Hybrid Jute/Glass Reinforced Laminate Mechanical Properties,” *J. Civ. Environ. Eng.*, vol. 6, no. 4, 2016.
- [87] O. A. Khondker, U. S. Ishiaku, A. Nakai, and H. Hamada, “Fabrication mechanical properties of unidirectional jute/PP composites using jute yarns by film stacking method,” *J. Polym. Environ.*, vol. 13, no. 2, pp. 115–126, 2005.
- [88] V. Mishra and S. Biswas, “Physical and mechanical properties of bi-directional jute fiber epoxy composites,” *Procedia Eng.*, vol. 51, no. NUI CONE 2012, pp. 561–566, 2013.
- [89] Y. Dobah, M. Bouchak, A. Bezazi, A. Belaadi, and F. Scarpa, “Multi-axial mechanical characterization of jute fiber/polyester composite materials,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 90, no. October 2015, pp. 450–456, 2016.
- [90] G. M. A. Khan, M. Terano, M. a. Gafur, and M. S. Alam, “Studies on the mechanical properties of woven jute fabric reinforced poly(l-lactic acid) composites,” *J. King Saud Univ. - Eng. Sci.*, vol. 28, no. 1, pp. 1–6, 2013.
- [91] A. K. Mohanty, M. A. Khan, and G. Hinrichsen, “Influence of chemical surface modification on the properties of biodegradable jute fabrics - polyester amide composites,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 31, no. 2, pp. 143–150, 2000.
- [92] Y. Seki, “Innovative multifunctional siloxane treatment of jute fiber surface and its effect on the mechanical properties of jute/thermoset composites,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 508, no. 1–2, pp. 247–252, 2009.
- [93] M. R. Rahman, M. M. Huque, M. N. Islam, and M. Hasan, “Improvement of physico-mechanical properties of jute fiber reinforced polypropylene composites by post-treatment,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 39, no. 11, pp. 1739–1747, 2008.
- [94] A. K. Bledzki, S. Reihmane, and J. Gassan, “Properties and modification methods for vegetable fibers for natural fiber composites,” *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 59, no. 8, pp. 1329–1336, 2002.
- [95] S. S. Tripathy, S. K. Nayak, A. K. Mohanty, J. Rout, and M. Misra, “The influence of fibre treatment on the performance of coir-polyester composites,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 61, no. 9, pp. 1303–1310, 2002.
- [96] J. M. F. De Paiva and E. Frollini, “Unmodified and modified surface sisal fibers as reinforcement of phenolic and lignophenolic matrices composites: Thermal analyses of fibers and composites,” *Macromol. Mater. Eng.*, vol. 291, no. 4, pp. 405–417, 2006.
- [97] M. A. Khan, J. Ganster, and H. P. Fink, “Hybrid composites of jute and man-made cellulose fibers with polypropylene by injection moulding,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 40, no. 6–7, pp. 846–851, 2009.
- [98] J. Gassan and A. K. Bledzki, “Alkali treatment of jute fibers: Relationship between structure and mechanical properties,” *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 71, no. 4, p. 623, 2002.
- [99] A. Al-Khanbashi, K. Al-Kaabi, and A. Hammami, “Date palm fibers as polymeric matrix reinforcement: Fiber characterization,” *Polym. Compos.*, vol. 26, no. 4, pp. 486–497, 2005.
- [100] A. Stocchi, B. Lauke, A. Vázquez, and C. Bernal, “A novel fiber treatment applied to woven jute fabric/vinylester laminates,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 38, no. 5, pp. 1337–1343, 2007.
- [101] A. Gopinath, M. Senthil Kumar, and A. Elayaperumal, “Experimental investigations on

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- mechanical properties of jute fiber reinforced composites with polyester and epoxy resin matrices,” *Procedia Eng.*, vol. 97, pp. 2052–2063, 2014.
- [102] A. A. Singh and S. Palsule, “Effect of Water Absorption on Interface and Tensile Properties of Jute Fiber Reinforced Modified Polyethylene Composites Developed by Palsule Process Effect of Water Absorption on Interface and Tensile Properties of Jute Fiber Reinforced Modified Polyethy,” *Appl. Polym. Compos.*, vol. 1, no. 2, pp. 113–123, 2013.
- [103] G. Rajesh, A. V. Ratna Prasad, and A. V. S. S. K. S. Gupta, “Water Absorption Characteristics of Successive Alkali Treated Jute/Poly(lactic Acid) Composites,” *Mater. Today Proc.*, vol. 5, no. 11, pp. 24414–24421, 2018.
- [104] B. A. Acha, N. E. Marcovich, and M. M. Reboledo, “Physical and mechanical characterization of jute fabric composites,” *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 98, no. 2, pp. 639–650, 2005.
- [105] A. K. Sabeel and S. Vijayarangan, “Experimental Characterization of Woven Jute-Fabric-Reinforced Isothalic Polyester Composites,” *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 104, no. 4, pp. 2650–2662, 2007.
- [106] A. C. De Albuquerque, K. Joseph, L. Hecker De Carvalho, and J. R. M. D’Almeida, “Effect of wettability and ageing conditions on the physical and mechanical properties of uniaxially oriented jute-roving-reinforced polyester composites,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 60, no. 6, pp. 833–844, 2000.
- [107] G. Hénaff and F. Morel, *Fatigue des structures*. ELLIPSES, 2005.
- [108] J. Degrieck and W. Van Paepegem, “Fatigue damage modeling of fibre-reinforced composite materials: Review,” *Appl. Mech. Rev.*, vol. 54, no. 4, p. 279, 2003.
- [109] H. W. Bergmann and R. Prinz, “Fatigue life estimation of graphite/epoxy laminates under consideration of delamination growth,” *Int. J. Numer. Methods Eng.*, vol. 27, no. 2, pp. 323–341, 1989.
- [110] W. Van Paepegem and J. Degrieck, “Experimental set-up for and numerical modelling of bending fatigue experiments on plain woven glass/epoxy composites,” *Compos. Struct.*, vol. 51, no. 1, pp. 1–8, 2001.
- [111] C. Hochard and Y. Thollon, “A generalized damage model for woven ply laminates under static and fatigue loading conditions,” *Int. J. Fatigue*, vol. 32, no. 1, pp. 158–165, 2010.
- [112] L. Marcin. “Modélisation du comportement, de l’endommagement et de la rupture de matériaux composites à renforts tissés pour le dimensionnement robuste de structures”. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux 1. 2010.
- [113] C. Rakotoarisoa, “Prévision de la durée de vie en fatigue des composites à matrice organique tissés 3D”. Thèse de doctorat. Université technologique de Compiègne. 2013.
- [114] E. Hémon. “Modèle multi-niveaux de prévision des durées de vie en fatigue des structures composites à matrice céramique pour un usage en turbomachines aéronautiques”. Thèse de doctorat. Université de Bordeaux 1. 2013.
- [115] W. Hwang and K. S. Han, “Fatigue of Composites—Fatigue Modulus Concept and Life Prediction,” *J. Compos. Mater.*, vol. 20, no. 2, pp. 154–165, 1986.
- [116] A. El Mahi and A. Bezazi, “Describing the flexural behaviour of cross-ply laminates under cyclic fatigue,” *Appl. Compos. Mater.*, vol. 16, no. 1, pp. 33–53, 2009.
- [117] L. Xu and V. Bhamidipati, “An efficient method to estimate the SN curves of engineering materials,” *SEM Annu. Conf. Expo. Exp. Appl. Mech.*, no. 2, pp. 2–5, 2002.
- [118] T. P. Philippidis and V. A. Passipoularidis, “Residual strength after fatigue in composites:

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- Theory vs. experiment,” *Int. J. Fatigue*, vol. 29, no. 12, pp. 2104–2116, 2007.
- [119] N. L. Post, J. Cain, K. J. McDonald, S. W. Case, and J. J. Lesko, “Residual strength prediction of composite materials: Random spectrum loading,” *Eng. Fract. Mech.*, vol. 75, no. 9, pp. 2707–2724, 2008.
- [120] A. Malpot. “Etude du comportement en fatigue d’un composite à matrice polyamide renforcé d’un tissu de fibres de verre pour application automobile”. Thèse de doctorat. Ecole nationale supérieure de mécanique et d’aéronotique. Poitiers. 2017.
- [121] A. D’Amore, G. Caprino, P. Stupak, J. Zhou, and L. Nicolais, “Effect of Stress Ratio on the Flexural Fatigue Behaviour of Continuous Strand Mat Reinforced Plastics,” *Sci. Eng. Compos. Mater.*, vol. 5, no. 1, pp. 1–8, 2011.
- [122] G. Caprino and A. D’Amore, “Flexural fatigue behaviour of random continuous-fibre-reinforced thermoplastic composites,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 58, no. 6, pp. 957–965, 2002.
- [123] G. Caprino and G. Giorleo, “Fatigue lifetime of glass fabric/epoxy composites,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 30, no. 3, pp. 299–304, 1999.
- [124] J. A. Epaarachchi and P. D. Clausen, “An empirical model for fatigue behavior prediction of glass fibre-reinforced plastic composites for various stress ratios and test frequencies,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 34, no. 4, pp. 313–326, 2003.
- [125] C. Colombo, F. Libonati, F. Pezzani, A. Salerno, and L. Vergani, “Fatigue behaviour of a GFRP laminate by thermographic measurements,” *Procedia Eng.*, vol. 10, pp. 3518–3527, 2011.
- [126] M. R. Satapathy, B. G. Vinayak, K. Jayaprakash, and N. K. Naik, “Fatigue behavior of laminated composites with a circular hole under in-plane multiaxial loading,” *Mater. Des.*, vol. 51, pp. 347–356, 2013.
- [127] R. Ben Toumi, J. Renard, M. Monin, and P. Nimdum, “Fatigue damage modelling of continuous E-glass fibre/epoxy composite,” *Procedia Eng.*, vol. 66, pp. 723–736, 2013.
- [128] J. N. Yang, D. L. Jones, S. H. Yang, and A. Meskini, “A Stiffness Degradation Model for Graphite/Epoxy Laminates,” *J. Compos. Mater.*, vol. 24, no. 7, pp. 753–769, 1990.
- [129] W. F. Wu, L. J. Lee, and S. T. Choi, “A study of fatigue damage and fatigue life of composite laminates,” *J. Compos. Mater.*, vol. 30, no. 1, pp. 123–137, 1996.
- [130] J. L. Gilbert, D. S. Ney, and E. P. Lautenschlager, “Self-reinforced composite poly(methyl methacrylate): static and fatigue properties,” *Biomaterials*, vol. 16, no. 14, pp. 1043–1055, 1995.
- [131] T. Keller, T. Tirelli, and A. Zhou, “Tensile fatigue performance of pultruded glass fiber reinforced polymer profiles,” *Compos. Struct.*, vol. 68, no. 2, pp. 235–245, 2005.
- [132] J. Petermann and K. Schulte, “The effects of creep and fatigue stress ratio on the long-term behaviour of angle-ply CFRP,” *Compos. Struct.*, vol. 57, no. 1–4, pp. 205–210, 2002.
- [133] A. D. Drozdov, “Cyclic viscoelastoplasticity and low-cycle fatigue of polymer composites,” *Int. J. Solids Struct.*, vol. 48, no. 13, pp. 2026–2040, 2011.
- [134] P. K. Mallick and Y. Zhou, “Effect of mean stress on the stress-controlled fatigue of a short E-glass fiber reinforced polyamide-6,6,” *Int. J. Fatigue*, vol. 26, no. 9, pp. 941–946, 2004.
- [135] S. D. Clark, R. A. Sheno, and H. G. Allen, “Modelling the fatigue behaviour of sandwich beams under monotonic, 2-step and block-loading regimes,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 59, no. 4, pp. 471–486, 1999.
- [136] T. F. Tan and C. K. H. Dharan, “Cyclic hysteresis evolution as a damage parameter for notched composite laminates,” *J. Compos. Mater.*, vol. 44, no. 16, pp. 1977–1990, 2010.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- [137] J. M. Kenny and M. Marchetti, "Elasto-plastic behavior of thermoplastic composite laminates under cyclic loading," *Compos. Struct.*, vol. 32, no. 1–4, pp. 375–382, 1995.
- [138] A. Pegoretti and T. Riccò, "Fatigue crack propagation in polypropylene reinforced with short glass fibres," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 59, no. 7, pp. 1055–1062, 1999.
- [139] K. Momenkhani and S. Sarkani, "A new method for predicting the fatigue life of fiber-reinforced plastic laminates," *J. Compos. Mater.*, vol. 40, no. 21, pp. 1971–1982, 2006.
- [140] K. Reifsnider, K. Schulte, and J. Duke, "Long-term fatigue behavior of composite materials," *Long-Term Behav. Compos. STP*, vol. 813, pp. 136–159, 1983.
- [141] K. Vallons, M. Zong, S. V. Lomov, and I. Verpoest, "Carbon composites based on multi-axial multi-ply stitched preforms - Part 6. Fatigue behaviour at low loads: Stiffness degradation and damage development," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 38, no. 7, pp. 1633–1645, 2007.
- [142] K. H. Tsai, C. H. Chiu, and T. H. Wu, "Fatigue behavior of 3D multi-layer angle interlock woven composite plates," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 60, no. 2, pp. 241–248, 2000.
- [143] S. D. Pandita, G. Huysmans, M. Wevers, and I. Verpoest, "Tensile fatigue behaviour of glass plain-weave fabric composites in on- and off-axis directions," *Compos. - Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 32, no. 10, pp. 1533–1539, 2001.
- [144] K. P. Dyer and D. H. Isaac, "Fatigue-behaviour-of-continuous-glass-fibre-reinforced-composites\_1998\_Composites-Part-B-Engineering.pdf," vol. 8368, pp. 725–733, 1998.
- [145] W. Van Paepegem and J. Degrieck, "A new coupled approach of residual stiffness and strength for fatigue of fibre-reinforced composites," *Int. J. Fatigue*, vol. 24, no. 7, pp. 747–762, 2002.
- [146] D. Rouby and P. Reynaud, "Fatigue behaviour related to interface modification during load cycling in ceramic-matrix fibre composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 48, no. 1–4, pp. 109–118, 1993.
- [147] J. Gassan, "A study of fibre and interface parameters affecting the fatigue behaviour of natural fibre composites," *Compos. - Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 33, no. 3, pp. 369–374, 2002.
- [148] C. L. Hacker and M. P. Ansell, "Fatigue damage and hysteresis in wood-epoxy laminates," *J. Mater. Sci.*, vol. 36, no. 3, pp. 609–621, 2001.
- [149] A. N. Towo and M. P. Ansell, "Fatigue evaluation and dynamic mechanical thermal analysis of sisal fibre-thermosetting resin composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 68, no. 3–4, pp. 925–932, 2008.
- [150] A. N. Towo and M. P. Ansell, "Fatigue of sisal fibre reinforced composites: Constant-life diagrams and hysteresis loop capture," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 68, no. 3–4, pp. 915–924, 2008.
- [151] T. Yuanjian and D. H. Isaac, "Impact and fatigue behaviour of hemp fibre composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 67, no. 15–16, pp. 3300–3307, 2007.
- [152] A. Shahzad and D. Isaac, "Fatigue Properties of Hemp Fibre Composites," *17th Int. Conf. Compos. Mater.*, 2009.
- [153] A. Elouaer *et al.*, "Monitoring of fatigue damage in composites based fiber plant," *Journées Natl. des Compos.*, 2009.
- [154] F. de Andrade Silva, B. Mobasher, and R. D. T. Filho, "Fatigue behavior of sisal fiber reinforced cement composites," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 527, no. 21–22, pp. 5507–5513, 2010.
- [155] H. Katogi, Y. Shimamura, K. Tohgo, and T. Fujii, "Fatigue behavior of unidirectional jute spun yarn reinforced PLA," *Adv. Compos. Mater.*, vol. 21, no. 1, pp. 1–10, 2012.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- [156] A. H. Abdullah, S. K. Alias, N. Jenal, K. Abdan, and A. Ali, "Fatigue behavior of kenaf fibre reinforced epoxy composites," *Eng. J.*, vol. 16, no. 5, pp. 105–113, 2012.
- [157] S. Liang, P. Gning, L. Guillaumat, S. Liang, P. Gning, and L. Guillaumat, "A comparative study of fatigue behaviour of flax / epoxy and glass / epoxy composites Science Arts & Métiers ( SAM )," 2014.
- [158] S. Liang, P. B. Gning, and L. Guillaumat, "Properties evolution of flax/epoxy composites under fatigue loading," *Int. J. Fatigue*, vol. 63, pp. 36–45, 2014.
- [159] A. Belaadi, A. Bezazi, M. Bourchak, and F. Scarpa, "Tensile static and fatigue behaviour of sisal fibres," *Mater. Des.*, vol. 46, pp. 76–83, 2013.
- [160] A. Belaadi, A. Bezazi, M. Maache, and F. Scarpa, "Fatigue in sisal fiber reinforced polyester composites: Hysteresis and energy dissipation," *Procedia Eng.*, vol. 74, pp. 325–328, 2014.
- [161] M. Bouakba, A. Bezazi, K. Boba, F. Scarpa, and S. Bellamy, "Cactus fibre/polyester biocomposites: Manufacturing, quasi-static mechanical and fatigue characterisation," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 74, pp. 150–159, 2013.
- [162] D. U. Shah, P. J. Schubel, M. J. Clifford, and P. Licence, "Fatigue life evaluation of aligned plant fibre composites through S-N curves and constant-life diagrams," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 74, pp. 139–149, 2013.
- [163] D. U. Shah, "Damage in biocomposites: Stiffness evolution of aligned plant fibre composites during monotonic and cyclic fatigue loading," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 83, pp. 160–168, 2016.
- [164] A. Fotouh, J. D. Wolodko, and M. G. Lipsett, "Fatigue of natural fiber thermoplastic composites," *Compos. Part B Eng.*, vol. 62, pp. 175–182, 2014.
- [165] Y. Ueki, H. Lilholt, and B. Madsen, "Stiffening effect of fatigue and creep loading in unidirectional flax fibre/epoxy composites," *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, vol. 388, no. 1, 2018.
- [166] A. E. Ismail and M. A. C. A. Aziz, "Fatigue strength of woven kenaf fiber reinforced composites," *3rd Int. Conf. Mech. Eng. Res. (Icmer 2015)*, vol. 100, no. January, 2015.
- [167] S. Asgarinia *et al.*, "Tension-tension fatigue behaviour of woven flax/epoxy composites," *J. Reinf. Plast. Compos.*, vol. 34, no. 11, pp. 857–867, 2015.
- [168] M. Berges *et al.*, "Influence of moisture uptake on the static, cyclic and dynamic behaviour of unidirectional flax fibre-reinforced epoxy laminates," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 88, pp. 165–177, 2016.
- [169] F. K. Sodoke, L. Toubal, and L. Laperrière, "Hygrothermal effects on fatigue behavior of quasi-isotropic flax/epoxy composites using principal component analysis," *J. Mater. Sci.*, vol. 51, no. 24, pp. 10793–10805, 2016.
- [170] F. Bensadoun, K. A. M. Vallons, L. B. Lessard, I. Verpoest, and A. W. Van Vuure, "Fatigue behaviour assessment of flax-epoxy composites," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 82, pp. 253–266, 2016.
- [171] M. A. Saleh, M. H. Al Haron, A. A. Saleh, and M. Farag, "Fatigue behavior and life prediction of biodegradable composites of starch reinforced with date palm fibers," *Int. J. Fatigue*, vol. 103, pp. 216–222, 2017.
- [172] R. Benzidane, Z. Sereir, M. L. Bennegadi, P. Doumalin, and C. Poilâne, "Morphology, static and fatigue behavior of a natural UD composite: The date palm petiole 'wood,'" *Compos. Struct.*, vol. 203, pp. 110–123, 2018.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- [173] Z. Mahboob and H. Bougherara, "Fatigue of flax-epoxy and other plant fibre composites: Critical review and analysis," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 109, no. March, pp. 440–462, 2018.
- [174] T. Jeannin, X. Gabrion, E. Ramasso, and V. Placet, "About the fatigue endurance of unidirectional flax-epoxy composite laminates," *Compos. Part B Eng.*, vol. 165, no. October 2018, pp. 690–701, 2019.
- [175] S. Manteghi, A. Sarwar, Z. Fawaz, R. Zdero, and H. Bougherara, "Mechanical characterization of the static and fatigue compressive properties of a new glass/flax/epoxy composite material using digital image correlation, thermographic stress analysis, and conventional mechanical testing," *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 99, no. January 2018, pp. 940–950, 2019.
- [176] Y. Ueki, H. Lilholt, and B. Madsen, "Fatigue Behaviour of Uni-Directional Flax Fibre / Epoxy," no. July, pp. 19–24, 2015.
- [177] D. S. De Vasconcellos. "Comportement en fatigue avant et après impact de composites tissés chanvre / époxy". Thèse de doctorat. Ecole nationale supérieure de mécanique et d'aéronotique. Poitiers, 2014.
- [178] S. Daggumati *et al.*, "Fatigue and post-fatigue stress-strain analysis of a 5-harness satin weave carbon fibre reinforced composite," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 74, pp. 20–27, 2013.
- [179] N. Godin, P. Reynaud, and G. Fantozzi, *Emission acoustique et durabilité des composites*. WILEY, 2018.
- [180] N. Hsu and F. Breckenridge, "Characterization and Calibration of Acoustic Emission Sensors," *Mater. Eval.*, vol. 39, no. 1, pp. 60–68, 1981.
- [181] E. Maillet. "Identification des mécanismes d'endommagement et prévision de la durée de vie des composites à matrice céramique par émission acoustique". Thèse de doctorat. Insa de Lyon, 2012.
- [182] M. Moevus. "Mécanismes d'endommagement, émission acoustique et durée de vie en fatigue statique du composite SiC-[Si-B-C] aux températures intermédiaires". Thèse de doctorat. INSA de Lyon, 2007.
- [183] T. . Fowler, J. . Blessing, and P. . CONLISK, "The MONPAC System," *J. Acoust. Emiss.*, vol. 8, no. 3, pp. 1–3, 1989.
- [184] E. Racle, N. Godin, P. Reynaud, and G. Fantozzi, "Fatigue lifetime of ceramic matrix composites at intermediate temperature by acoustic emission," *Materials (Basel)*, vol. 10, no. 6, 2017.
- [185] G. Minak, P. Morelli, and A. Zucchelli, "Fatigue residual strength of circular laminate graphite-epoxy composite plates damaged by transverse load," *Spec. Issue 12th Eur. Conf. Compos. Mater. ECCM 2006*, vol. 69, no. 9, pp. 1358–1363, 2008.
- [186] F. Du, D. Li, B. Shan, and Y. Wang, "Failure behavior monitoring and evaluation of steel-confined reinforced concrete columns by acoustic emission under quasi-static loading," *Lat. Am. J. Solids Struct.*, vol. 15, no. 11, 2018.
- [187] A. Monti, "Élaboration et caractérisation mécanique d'une structure composite sandwich à base de constituants naturels". Thèse de doctorat. Université Bretagne Loire, 2016.
- [188] M. Aslan, "Investigation of damage mechanism of flax fibre LPET commingled composites by acoustic emission" *Compos. Part B Eng.*, vol. 54, no. 1, pp. 289–297, 2013.
- [189] M. Kersani, S. V. Lomov, A. W. Van Vuure, A. Bouabdallah, and I. Verpoest, "Damage in flax/epoxy quasi-unidirectional woven laminates under quasi-static tension," *J. Compos. Mater.*, vol. 49, no. 4, pp. 403–413, 2015.
- [190] Q. Q. Ni and M. Iwamoto, "Wavelet transform of acoustic emission signals in failure of model

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- composites,” *Eng. Fract. Mech.*, vol. 69, no. 6, pp. 717–728, 2002.
- [191] A. Bravo, L. Toubal, D. Koffi, and F. Erchiqui, “Characterization of Tensile Damage for a Short Birch Fiber-reinforced Polyethylene Composite with Acoustic Emission,” *Int. J. Mater. Sci.*, vol. 3, no. 3, pp. 79–89, 2013.
- [192] N. Godin, S. Huguet, R. Gaertner, and L. Salmon, “Clustering of acoustic emission signals collected during tensile tests on unidirectional glass/polyester composite using supervised and unsupervised classifiers,” *NDT E Int.*, vol. 37, no. 4, pp. 253–264, 2004.
- [193] N. Godin, S. Huguet, and R. Gaertner, “Influence of hydrolytic ageing on the acoustic emission signatures of damage mechanisms occurring during tensile tests on a polyester composite: Application of a Kohonen’s map,” *Compos. Struct.*, vol. 72, no. 1, pp. 79–85, 2006.
- [194] M. Habibi, L. Laperrière, G. Lebrun, and L. Toubal, “Combining short flax fiber mats and unidirectional flax yarns for composite applications: Effect of short flax fibers on biaxial mechanical properties and damage behaviour,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 123, pp. 165–178, 2017.
- [195] S. Huguet, N. Godin, R. Gaertner, L. Salmon, and D. Villard, “Use of acoustic emission to identify damage modes in glass fibre reinforced polyester,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 62, no. 10–11, pp. 1433–1444, 2002.
- [196] J. McQueen, “Some methods dor classification and analysis of multivariate observations,” in *Proceedings of the fifth Berkley symposium on mathematical statistics ans probability*, 1967, vol. 1, pp. 281–297.
- [197] P. de Groot, P. Wijnen, and R. Janssen, “Real-time frequency determination of acoustic emission for different fracture mechanisms in carbon/epoxy composites,” *Compos. Sci. Technol.* 55, vol. 55, pp. 405–4012, 1995.
- [198] M. Giordano, A. Calabro, C. Esposito, A. D’Amore, and L. Nicolais, “An acoustic-emission characterization of the failure modes in polymer-composite materials,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 58, no. 12, pp. 1923–1928, 1998.
- [199] C. R. Ramirez-Jimenez, N. Papadakis, N. Reynolds, T. H. Gan, P. Purnell, and M. Pharaoh, “Identification of failure modes in glass/polypropylene composites by means of the primary frequency content of the acoustic emission event,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 64, no. 12, pp. 1819–1827, 2004.
- [200] M. G. R. Sause, A. Gribov, A. R. Unwin, and S. Horn, “Pattern recognition approach to identify natural clusters of acoustic emission signals,” *Pattern Recognit. Lett.*, vol. 33, no. 1, pp. 17–23, 2012.
- [201] F. E. Oz, N. Ersoy, and S. V. Lomov, “Do high frequency acoustic emission events always represent fibre failure in CFRP laminates?,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 103, pp. 230–235, 2017.
- [202] E. Njuhovic, M. Bräu, F. Wolff-Fabris, K. Starzynski, and V. Altstädt, “Identification of failure mechanisms of metallised glass fibre reinforced composites under tensile loading using acoustic emission analysis,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 81, pp. 1–13, 2015.
- [203] M. Moevus *et al.*, “Analysis of damage mechanisms and associated acoustic emission in two SiCf/[Si-B-C] composites exhibiting different tensile behaviours. Part II: Unsupervised acoustic emission data clustering,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 68, no. 6, pp. 1258–1265, 2008.
- [204] X. He, D. Cai, and P. Niyogi, “Laplacian Score for Feature Selection,” *Adv. Neural Inf. Process. Syst.* 18, pp. 507–514, 2005.
- [205] D. Cai, C. Zhang, and X. He, “Unsupervised feature selection for multi-cluster data,” p. 333,

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- 2010.
- [206] L. Li, Y. Swolfs, I. Straumit, X. Yan, and S. V. Lomov, "Cluster analysis of acoustic emission signals for 2D and 3D woven carbon fiber/epoxy composites," *J. Compos. Mater.*, vol. 50, no. 14, pp. 1921–1935, 2016.
- [207] M. Diakhate, E. Bastidas-Arteaga, R. Moutou Pitti, and F. Schoefs, "Cluster analysis of acoustic emission activity within wood material: Towards a real-time monitoring of crack tip propagation," *Eng. Fract. Mech.*, vol. 180, pp. 254–267, 2017.
- [208] D. S. De Vasconcellos *et al.*, "Influence of low velocity impact on fatigue behaviour of woven hemp fibre reinforced epoxy composites," *Compos. Part B Eng.*, vol. 66, pp. 46–57, 2014.
- [209] T. Le-Gall, "Simulation del'émission acoustique : Aide à l'identification de la signature acoustique des mécanismes d'endommagement". Thèse de doctorat. INSA de Lyon, 2016.
- [210] J. Y. Buffiere, E. Maire, J. Adrien, J. P. Masse, and E. Boller, "In situ experiments with X ray tomography: An attractive tool for experimental mechanics," *Proc. Soc. Exp. Mech. Inc.*, vol. 67, pp. 289–305, 2010.
- [211] P. J. Schilling, B. P. R. Karedla, A. K. Tatiparthi, M. A. Verges, and P. D. Herrington, "X-ray computed microtomography of internal damage in fiber reinforced polymer matrix composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 65, no. 14, pp. 2071–2078, 2005.
- [212] S. C. Garcea, I. Sinclair, and S. M. Spearing, "In situ synchrotron tomographic evaluation of the effect of toughening strategies on fatigue micromechanisms in carbon fibre reinforced polymers," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 109, pp. 32–39, 2015.
- [213] M. Rask, B. Madsen, B. F. Sørensen, J. L. Fife, K. Martyniuk, and E. M. Lauridsen, "In situ observations of microscale damage evolution in unidirectional natural fibre composites," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 43, no. 10, pp. 1639–1649, 2012.
- [214] F. Blanchet. "Etude de la coupe en perçage par le biais d'essais élémentaires en coupe orthogonale. Application aux composites Carbone/Epoxy". Thèse de doctorat. Université de Toulouse 3, 2015.
- [215] N. Guel. "Comportement mécanique de composites oxydes : relations procédé-microstructure-propriétés". Thèse de doctorat. INSA de Lyon, 2018.
- [216] M. Kalakech, "Sélection semi-supervisée d'attributs : Application à la classification de textures couleur". Thèse de doctorat, 2011.
- [217] A. Sibil, N. Godin, M. R'Mili, E. Maillet, and G. Fantozzi, "Optimization of acoustic emission data clustering by a genetic algorithm method," *J. Nondestruct. Eval.*, vol. 31, no. 2, pp. 169–180, 2012.
- [218] D. L. Davies and D. W. Bouldin, "A Cluster Separation Measure," *IEEE Trans. Pattern Anal. Mach. Intell.*, vol. PAMI-1, no. 2, pp. 224–227, 1979.
- [219] P. J. R. Rousseeuw, "Silhouettes : a graphical aid to the interpretation and validation of cluster analysis," *J. Comput. Appl. Math.*, vol. 20, no. 4, pp. 53–65, 1987.
- [220] N. Morizet, N. Godin, J. Tang, E. Maillet, M. Fregonese, and B. Normand, "Classification of acoustic emission signals using wavelets and Random Forests: Application to localized corrosion," *Mech. Syst. Signal Process.*, vol. 70–71, pp. 1026–1037, 2016.
- [221] L. Breiman, "Random forests," *Mach. Learn.*, vol. 45, no. 1, pp. 5–32, 2001.
- [222] C. Gini, "Measurement of Inequality of Incomes," *Econ. J.*, vol. 31, no. 121, pp. 124–126, 1921.
- [223] S. Amini and R. S. Kumar, "A high-fidelity strain-mapping framework using digital image correlation," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 594, pp. 394–403, 2014.

## ***REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES***

---

- [224] M. G. R. Sause and S. Horn, "Simulation of acoustic emission in planar carbon fiber reinforced plastic specimens," *J. Nondestruct. Eval.*, vol. 29, no. 2, pp. 123–142, 2010.
- [225] N. Tableau, K. Khellil, Z. Aboura, P. Feissel, F. Bouillon, and L. Marcin, "Experimental investigation of the in plane and through thickness shear damages on 3D woven CMC using multi-instrumented torsional tests," *16th Eur. Conf. Compos. Mater. ECCM 2014*, no. June, pp. 22–26, 2014.
- [226] S. Deschanel. "Dynamique des précurseurs de la rupture des matériaux hétérogènes: application aux mousses polymères vitreuses". Thèse de doctorat. INSA de Lyon, 2005.
- [227] A. Perrier, D. S. De Vasconcellos, F. Touchard, L. Chocinski-Arnault, and D. Mellier, "Full-field measurement at the weave scale in hemp/epoxy composite using digital image correlation," *Polym. Polym. Compos.*, vol. 23, no. 9, pp. 589–600, 2015.
- [228] N. Godin, P. Reynaud, and G. Fantozzi, "Challenges and limitations in the identification of acoustic emission signature of damage mechanisms in composites materials," *Appl. Sci.*, vol. 8, no. 8, 2018.
- [229] O. Traore. "Méthodologie de traitement et d'analyse de signaux expérimentaux d'émission acoustique: Application au comportement d'un élément combustible en situation accidentelle". Thèse de doctorat. Université d'Aix-Marseille, 2018.
- [230] E. Ramasso, P. Butaud, T. Jeannin, F. Sarasini, V. Placet, N. Godin, J. Tirillo and X. Gabrion, "Learning the representation of raw acoustic emission signals by direct generative modeling and its use in chronology-based clusters identification". Accepted for publication in *Engineering Applications of Artificial Intelligence* journal.
- [231] Z. Hamam, N. Godin, C. Fusco and T. Monnier, "Modelling of Acoustic Emission Signals Due to Fiber Break in a Model Composite Carbon/Epoxy: Experimental Validation and Parametric Study" *Appl. Sci.*, vol. 9, no. 23, 2019.



---

# Table des annexes

<b>ANNEXE 1 : SCORE LAPLACIEN .....</b>	<b>223</b>
<b>ANNEXE 2 : IDENTIFICATION DE LA SIGNATURE ACOUSTIQUE DES RUPTURES DE FIBRES .....</b>	<b>226</b>
<b>ANNEXE 3 : SELECTION DES DESCRIPTEURS PERTINENTS EN COMPRESSION MONOTONE .....</b>	<b>228</b>

# Annexe 1 : Score Laplacien

Cette annexe est consacrée à l'introduction de quelques notions mathématiques pour la compréhension du calcul du score Laplacien.

## Distance Euclidienne

Nous disposons d'un ensemble de données  $n$  (ce sont les signaux dans notre cas). Chaque signal  $i$  est caractérisée par  $d$  descripteurs  $\{f_1, f_2, \dots, f_r, \dots, f_d\}$ , on définit la matrice  $A$  des données représentée par les  $d$  descripteurs par :

$$A = \begin{bmatrix} x_{11} & \cdots & x_{1d} \\ \vdots & \ddots & \vdots \\ x_{n1} & \cdots & x_{nd} \end{bmatrix}$$

Chaque ligne de la matrice  $i = 1, \dots, n$  représente un signal et définit un vecteur appelé donnée dans  $R^d$  noté comme suit :

$$x_i = (x_{i1}, x_{i2}, \dots, x_{ir}, \dots, x_{id})^T$$

Chaque colonne de la matrice  $r = 1, \dots, d$  correspondant aux valeurs d'un descripteur  $r$  sur l'ensemble des signaux. Elle définit un vecteur dans  $R^n$  et il est noté comme suit :

$$f_r = (x_{1r}, x_{2r}, \dots, x_{ir}, \dots, x_{nr})^T$$

La distance Euclidienne  $\delta_{ij}$  entre deux signaux  $(x_i, x_j)$  est définie par :

$$\delta_{ij} = \sqrt{\sum_{r=1}^d (x_{ir} - x_{jr})^2} \quad \text{Equation A1.1}$$

## Matrice des distances

A partir de la matrice des données  $A$ , on définit la matrice des distances  $\Delta$  par :

$$\Delta = \begin{bmatrix} 0 & \cdots & \delta_{1n} \\ \vdots & \ddots & \vdots \\ \delta_{n1} & \cdots & 0 \end{bmatrix}$$

## Similarité

La similarité  $w_{ij}$  représente le degré de ressemblance entre les signaux  $(x_i, x_j)$ . C'est une matrice symétrique, tous ses membres sont compris entre 0 et 1. Une similarité proche de 1 indique que les données sont similaires, tandis qu'une valeur proche de 0 indique qu'elles sont différentes. La fonction de similarité la plus courante est la fonction Gaussienne basée sur la distance Euclidienne. Elle est définie comme suit :

$$w_{ij} = e^{\frac{-\delta_{ij}^2}{2\sigma^2}} \quad \text{Equation A1.2}$$

où  $\delta_{ij}$  représente la distance euclidienne entre deux signaux  $(x_i, x_j)$  et  $\sigma$  est une constante.

## Matrice de similarité

A partir de la matrice des distances  $\Delta$  on définit la matrice de similarité  $W$  caractérisant la similarité entre chaque paire de données  $(x_i, x_j)$  par :

$$W = \begin{bmatrix} 1 & \cdots & w_{1n} \\ \vdots & \ddots & \vdots \\ w_{n1} & \cdots & 1 \end{bmatrix}$$

## Graphe de similarité

Le graphe de similarité a pour objectif de concevoir des représentations synthétiques qui puissent exprimer l'interaction entre les différentes données représentées [208]. Plus simplement, les données sont représentées sous forme d'un graphe de similarité non orienté et pondéré de façon à modéliser la relation de voisinage de ces différentes données.

Pour construire un graphe de similarité, on associe un nœud  $s_i$  à chaque signal  $x_i$ , la liaison entre les différents nœuds se fait par des arcs. A chaque arc reliant les nœud  $s_i$  et  $s_j$  ( $i \neq j$ ) on associe un poids qui représente la fonction de similarité  $w_{ij}$  calculé selon l'équation A1.2.

Dans le cas où le nombre de données à traiter est important, on définit un graphe partiellement connecté  $k$ -voisinage, dans lequel, le nœud  $s_i$  associé au signal  $x_i$  est connecté au nœud  $s_j$  associé signaux  $x_j$  si  $x_j$  est parmi les  $k$  plus proches voisins de  $x_i$  au sens d'une distance dans l'espace des descripteurs,  $k$  étant un nombre entier fixé au préalable. Dans le cas du graphe partiellement connecté, il faut noter que si les deux nœuds  $s_i$  et  $s_j$  ne sont pas connecté, la mesure de similarité correspondante est nulle  $w_{ij} = 0$

## La matrice des degrés

Le degré  $g_i$  d'un nœud  $s_i$  est défini par la somme des éléments de la  $i$ ème ligne de  $W$  :

$$g_i = \sum_{j=1}^n w_{ij} \quad \text{Équation A1.3}$$

Dans le cas d'un graphe partiellement connecté, le degré  $g_i$  peut être considéré comme une mesure de la densité au voisinage du signal  $x_i$  représenté par le nœud  $s_i$  dans le graphe.

On définit la matrice des degrés  $G$  par :

$$G = \begin{bmatrix} g_1 & \cdots & 0 \\ \vdots & \ddots & \vdots \\ 0 & \cdots & g_n \end{bmatrix}$$

$G$  est une matrice diagonale.

## Le score Laplacien

L'hypothèse sur laquelle repose le score Laplacien est que la structure des données dans l'espace des descripteurs d'entrée est localement préservée dans l'espace de sortie. En représentant cette structure par la notion de graphe et de similarité, des données similaires dans

## ANNEXES

---

l'espace d'entrée doivent aussi l'être quand elles sont projetées sur un descripteur pertinent. Dans un contexte non supervisé, He et al. [201] supposent que les données, initialement similaires dans l'espace d'entrée, doivent être les plus proches possibles, et les données, différentes dans l'espace d'entrée doivent être les plus loins possible, une fois projetées sur le descripteur examiné.

Ce principe est formalisé par le score  $SL_r$  basé sur la similarité  $w_{ij}$  décrite par l'équation A1.2 et défini par :

$$SL_r = \frac{\sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^n (x_{ir} - x_{jr})^2 w_{ij}}{Var(f_r)} \quad \text{Equation A1.4}$$

En développant le numérateur du  $SL_r$ , on obtient l'écriture vectorielle ci-dessous :

$$\sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^n (x_{ir} - x_{jr})^2 w_{ij} = 2f_r^T L f_r \quad \text{Equation A1.5}$$

On introduit la matrice Laplacienne qui est définie par :

$$L = D - W \quad \text{Equation A1.5}$$

avec :  $W$  la matrice similarité et  $D$  la matrice des degrés.

La variance du descripteur  $r$  est définie par :

$$Var(f_r) = \sum_{i=1}^n (x_{ir} - \bar{f}_r)^2 p_i \quad \text{Equation A1.6}$$

où :  $p_i$  est la densité de probabilité ( $p_i = p(x = x_i)$ ) elle est définie par :

$$p_i = \frac{g_i}{\sum_{i=1}^n g_i} \quad \text{Equation A1.7}$$

et  $\bar{f}_r$  est l'espérance pondérée des données projetées sur le descripteur  $f_r$ , défini par :

$$\bar{f}_r = \sum_{i=1}^n x_{ir} p_i \quad \text{Equation A1.8}$$

En faisant le développement de l'équation A1.6, on obtient l'écriture vectorielle de la  $Var(f_r)$  :

$$Var(f_r) = \tilde{f}_r^T D \tilde{f}_r \quad \text{Equation A1.9}$$

En définissant un vecteur identité  $I$  de taille  $n$ , on a :

$$\tilde{f}_r = f_r - \frac{f_r^T D I}{I^T D I} \quad \text{Equation A1.10}$$

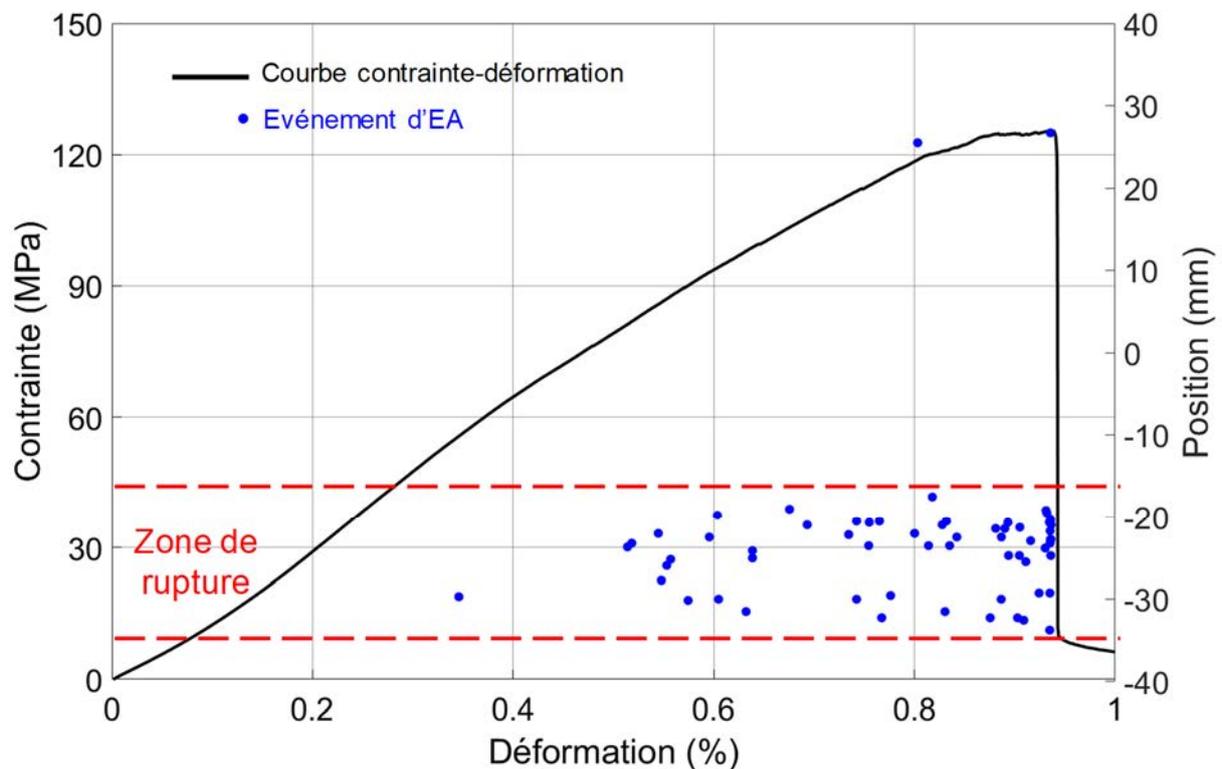
Finalement, le  $SL_r$  s'écrit sous la forme vectorielle :

$$SL_r = 2 \frac{f_r^T L f_r}{\tilde{f}_r^T D \tilde{f}_r} \quad \text{Equation A1.11}$$

## Annexe 2 : Identification de la signature acoustique des ruptures de fibres

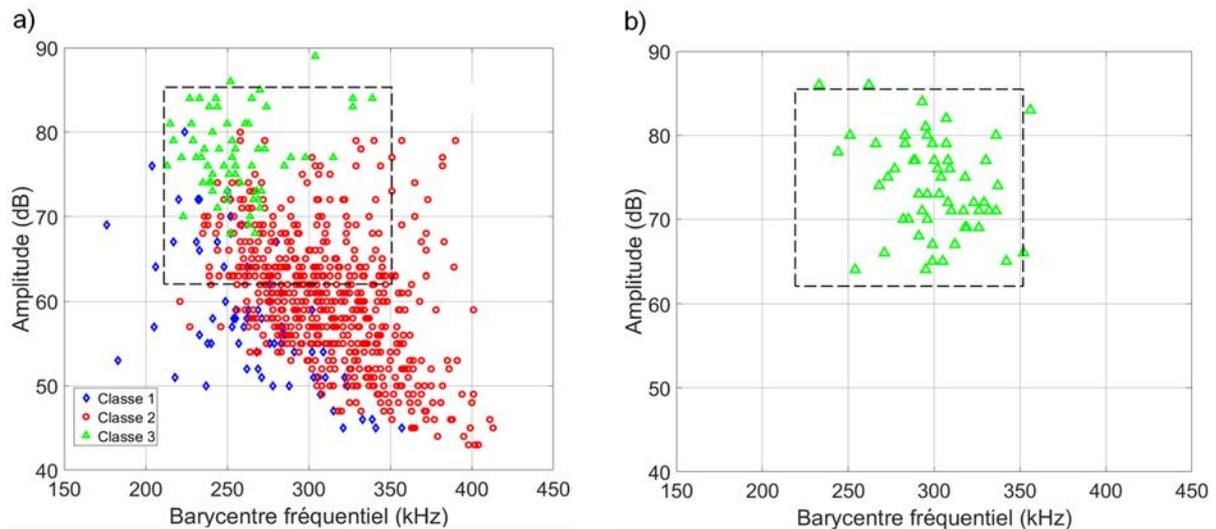
Des essais de traction suivis par émission acoustique ont été réalisés sur des éprouvettes de fil imprégné de résine afin de pouvoir caractériser la signature acoustique des ruptures de fibres de jute. En effet le mode de rupture des fibres au sein du fil imprégné se rapproche du mode de rupture des fibres au sein du composite.

Les essais ont été réalisés sur la machine Zwick électromécanique avec le même dispositif que celui utilisé pour les essais sur les fils secs et dans les mêmes conditions : vitesse de déplacement réglée à  $0,5 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$ , longueur utile des fils de 50 mm. Les capteurs ont été placés sur les plaques d'acier qui tiennent le fil imprégné à une distance de 80 mm. Seuls les signaux ayant été localisés entre les deux capteurs sont analysés.



*Figure A2.1. Localisation des sources d'EA et évolution de la contrainte en fonction de la déformation pour un essai de traction sur fil imprégné.*

La figure A2.1, présente l'évolution de la contrainte et la localisation des sources d'EA en fonction de la déformation du fil imprégné. Pour la mesure de la section, le diamètre du fil imprégné est considéré égale à celui du fil sec. On constate que le fil imprégné présente un comportement proche de celui du composite JP\_0. Les signaux enregistrés sont presque tous localisés dans la zone de rupture correspondant ainsi à des signaux de rupture de fibres.



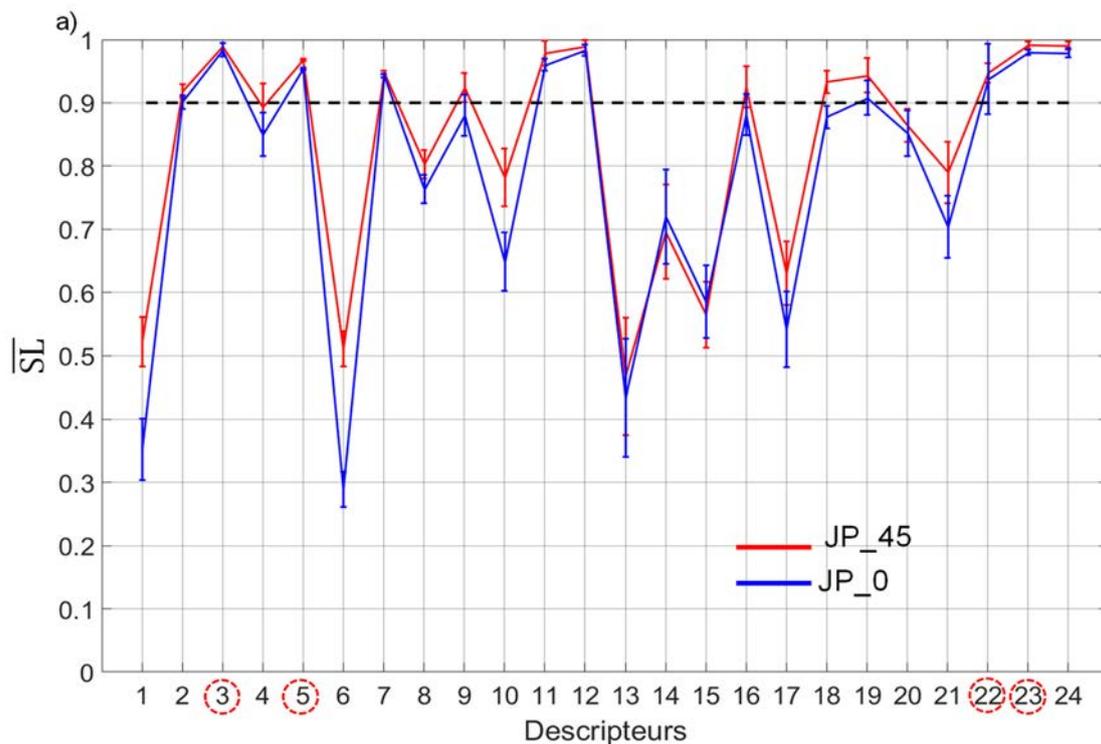
**Figure A2.2. Répartitions des événements acoustiques dans le plan amplitude-barycentre fréquentiel. a) pour les trois classes d'événement acoustique obtenues en traction monotone ; b) pour les événements localisés lors de l'essai sur fil imprégné de résine.**

La figure A2.2 présente la répartition des sources localisées dans le plan amplitude-barycentre fréquentiel pour un essai traction monotone sur le composite JP\_0 (figure A2.2.a) et pour un essai sur le fil imprégné de résine (figure A2.2.b). On note que les sources issues des essais de traction sur fil imprégné possèdent des amplitudes supérieures à 60 dB correspondant à la gamme d'amplitude de la classe 3 associée aux ruptures de fibres. Ce résultat consolide la labellisation de la classe 3. Par ailleurs, on note que le barycentre fréquentiel pour les signaux du fil imprégné est légèrement décalé par rapport à celui de signaux de la classe 3. Ce phénomène peut être expliqué par la différence du milieu de propagation entre les deux type d'éprouvettes.

## Annexe 3 : Sélection des descripteurs pertinents en compression monotone

La même procédure qu'en traction monotone est utilisée pour sélectionner les descripteurs pour la classification des données d'EA obtenues en compression monotone. La figure A3.1 présente les valeurs moyennes du  $\overline{SL}$  calculées pour chaque descripteur d'EA à partir des différents essais (les barrettes représentent les écarts types) ainsi que les dendrogrammes obtenus pour les deux orientations. Les descripteurs entourés sur les figures sont ceux qui possèdent un  $\overline{SLr}$  supérieur à 0,9. La combinaison du Score Laplacien et du dendrogramme a permis de conserver quatre descripteurs (entourés en rouge sur les figures) :

- La durée du signal (3).
- La fréquence moyenne (5).
- Le barycentre fréquentiel (22).
- Le pic fréquentiel (23).



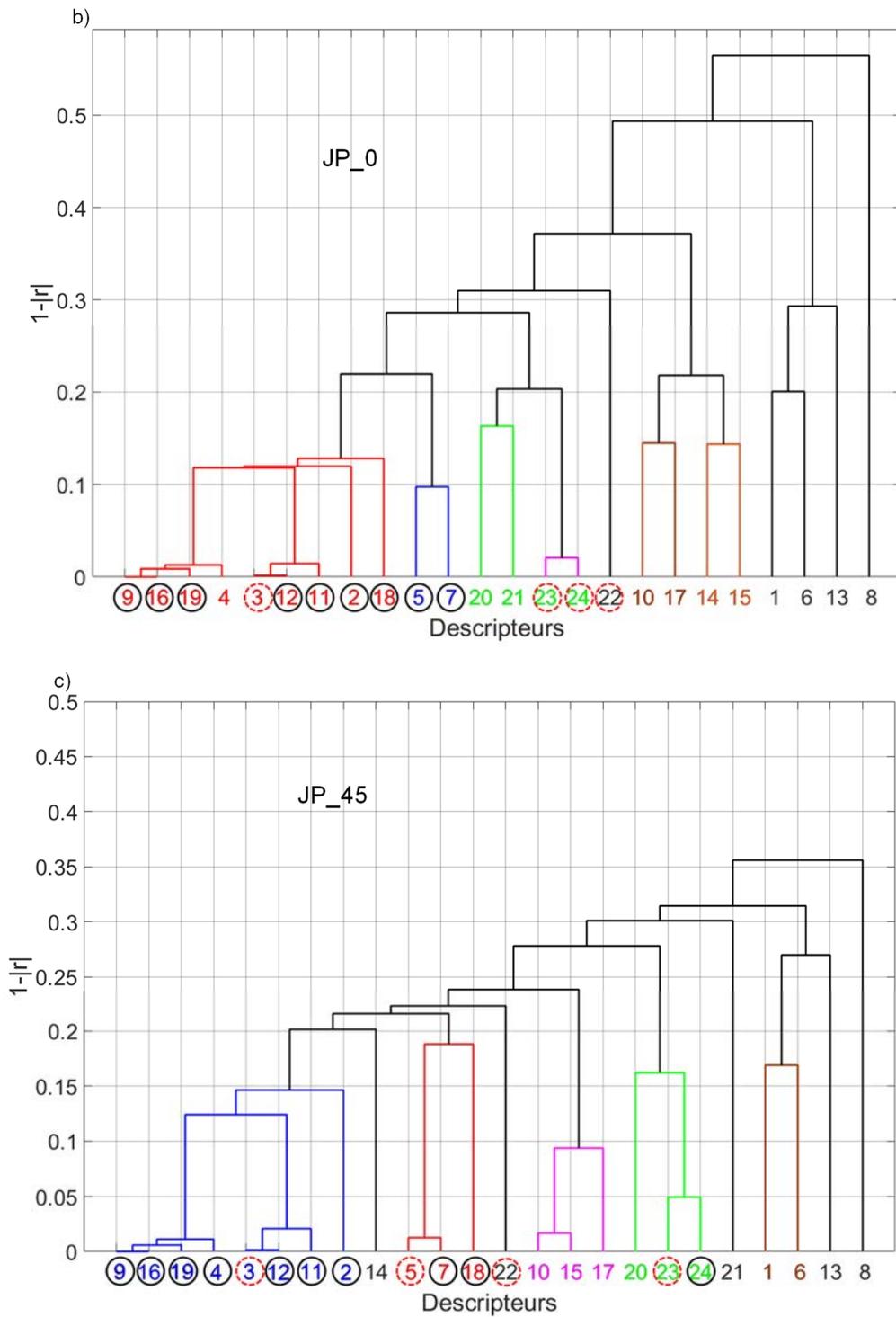


Figure A3.1.  $\overline{SL}$  et dendrogrammes obtenus en compression monotone pour les deux configurations. a) Valeurs moyennes du  $\overline{SL}$  calculées pour chaque descripteur d'EA (Les barrettes représentent l'écart type) ; b) Dendrogramme (JP\_0), c) Dendrogramme (JP\_45).



# INSA



## FOLIO ADMINISTRATIF

### THESE DE L'UNIVERSITE DE LYON OPEREE AU SEIN DE L'INSA LYON

NOM : ALIA

DATE de SOUTENANCE : 12/03/2020

Prénoms : Adem

TITRE : Comportement à la rupture d'un composite à fibres végétales

NATURE : Doctorat

Numéro d'ordre : 2020LYSEI016

Ecole doctorale : Matériaux de Lyon

Spécialité : Génie des matériaux

RESUME :

L'objectif de cette thèse est la caractérisation du comportement mécanique et de l'endommagement d'un composite tissé jute/polyester. Les fibres végétales constituent en effet une alternative écologique intéressante à l'utilisation des fibres synthétiques, en particulier les fibres de verre qui sont les plus utilisées pour les pièces composites de grande diffusion. Le composite est développé au sein du laboratoire LMNM à l'IOMP, Sétif, Algérie. Deux orientations sont considérées :  $[0]_8$  et  $[+45/-45]_{2S}$ . La caractérisation mécanique est effectuée en traction et compression monotones ainsi qu'en fatigue cyclique. Les caractérisations mécaniques et microstructurales sont réalisées au sein du laboratoire MATEIS.

L'étude de l'endommagement des composites est réalisée en combinant cinq techniques : l'évolution des paramètres mécaniques via des essais cyclés et de fatigue, la microscopie, l'émission acoustique (EA), la corrélation d'images et la microtomographie RX. L'étude de l'évolution des paramètres mécaniques accompagnée de l'analyse globale de l'EA fournit des premiers indicateurs quant au développement de l'endommagement lors des essais. Les analyses microstructurales permettent d'identifier finement les différents mécanismes d'endommagement qui surviennent lors des sollicitations mécaniques (décohésions fibre/matrice, fissurations matricielles et rupture de fibres). Pour la segmentation des signaux d'émission acoustique en traction et en compression monotones, une classification non-supervisée est utilisée en mettant l'accent sur le choix des descripteurs et sur la labellisation des classes obtenues. Des essais de traction instrumentés par corrélation d'images ainsi que des essais de traction in-situ sous tomographe permettent d'identifier la chronologie d'apparition de l'endommagement. Ces résultats sont également utilisés pour labelliser les classes obtenues. Les signaux labellisés servent ensuite à créer des bibliothèques pour identifier la chronologie d'évolution des mécanismes d'endommagement en fatigue cyclique réalisée par classification supervisée.

Enfin, toutes ces analyses ont permis d'établir des scénarios d'endommagement pour les différents modes de sollicitations et pour les deux orientations. Il est ainsi possible de reconsidérer l'élaboration pour optimiser les propriétés mécaniques.

MOTS-CLÉS : Composites à matrice organique, fibres végétales, comportement mécanique, endommagement, fatigue cyclique, multi-instrumentation

Laboratoires de recherche : MATEIS de L'INSA de Lyon et LMNM de l'Université de Sétif

Directeur de thèse: Hocine OSMANI et Pascal Reynaud

Président de jury :

Composition du jury :

Touchard, Fabienne, Directrice de recherche, ENSMA-Potiers  
Bezazi, Abderrezak, Professeur, Université 8 Mai 1945, Guelma  
Guillaumat, Laurent, Professeur, ENSAM-Anger  
Rokbi, Mansour, Maître de conférences HDR, Université de M'sila  
Godin, Nathalie, Maître de conférences HDR, INSA-Lyon  
Fantozzi, Gilbert, Professeur émérite, INSA-Lyon  
Osmani, Hocine, Professeur, Université de Sétif 1  
Reynaud, Pascal, Chargé de recherche CNRS (HDR), INSA-Lyon

Rapporteuse  
Rapporteur  
Examineur  
Examineur  
Co-encadrante  
Co-encadrant  
Directeur de thèse  
Co-directeur de thèse