



HAL
open science

Comportement en fatigue et optimisation de l'interface d'un composite tissé chanvre/époxy : effet de l'humidité

Romain Barbière Barbière

► To cite this version:

Romain Barbière Barbière. Comportement en fatigue et optimisation de l'interface d'un composite tissé chanvre/époxy : effet de l'humidité. Autre. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2020. Français. NNT : 2020ESMA0016 . tel-03163336

HAL Id: tel-03163336

<https://theses.hal.science/tel-03163336v1>

Submitted on 9 Mar 2021

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.

THÈSE

Pour l'obtention du Grade de
DOCTEUR DE L'ÉCOLE NATIONALE SUPÉRIEURE DE MÉCANIQUE ET
D'AÉROTECHNIQUE
(Diplôme National – Arrêté du 25 mai 2016)

École Doctorale :
Sciences et Ingénierie en Matériaux, Mécanique, Énergétique
Secteur de Recherche : Mécanique des solides, des matériaux, des structures et des
surfaces

Présentée par :
Romain BARBIERE

**COMPORTEMENT EN FATIGUE ET OPTIMISATION DE L'INTERFACE D'UN
COMPOSITE TISSÉ CHANVRE/ÉPOXY : EFFET DE L'HUMIDITÉ**

Directrice de thèse : Fabienne TOUCHARD
Co-encadrante : Laurence CHOCINSKI

Soutenue le 14 Décembre 2020

devant la Commission d'Examen

JURY

Rapporteurs :

ASSARAR Mustapha
CHEVRIER Pierre

Maître de conférences HDR,
Professeur,

IUT de Troyes
ENIM Metz

Membres du jury :

CHOCINSKI Laurence
DAVIES Peter
GARDIN Catherine
MICHAUD Véronique
PASTOR Marie-Laetitia
TOUCHARD Fabienne

Maître de conférences,
Ingénieur HDR,
Professeure,
Professeure,
Maître de conférences,
Directrice de recherche,

ENSMA Poitiers
IFREMER Brest
ENSMA Poitiers
EPFL Lausanne
IUT de Tarbes
ENSMA Poitiers

Composition du jury complet

La composition du jury est la suivante :

- Monsieur ASSARAR Mustapha, Maître de conférences HDR à l'IUT de Troyes
- Monsieur CHEVRIER Pierre, Professeur à l'ENIM Metz
- Madame CHOCINSKI Laurence, Maître de conférences à l'ENSMA Poitiers
- Monsieur DAVIES Peter, Ingénieur HDR à l'IFREMER Brest
- Madame GARDIN Catherine, Professeure à l'ENSMA Poitiers
- Madame MICHAUD Véronique, Professeure à l'EPFL Lausanne
- Madame PASTOR Marie-Lactitia, Maître de conférences à l'IUT de Tarbes
- Madame TOUCHARD Fabienne, Directrice de recherche à l'ENSMA Poitiers

Invitée :

- Madame FOURRE Elodie, Chargée de recherche HDR à l'Université de Poitiers

Remerciements :

Ces travaux de thèse ont été réalisés dans le Département Physique et Mécanique des Matériaux de l'Institut P², au sein de l'École Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, avec un financement de la région Nouvelle Aquitaine que je remercie tout particulièrement.

Je souhaite ensuite remercier Véronique MICHAUD qui m'a fait l'honneur de présider mon jury de thèse, ainsi que Mustapha ASSARAR et Pierre CHEVRIER pour avoir accepté d'être les rapporteurs de ce manuscrit. Je tiens également à remercier Peter DAVIES, Catherine GARDIN, Marie-Laetitia PASTOR et Élodie FOURRÉ pour leur participation au jury de thèse et leurs questions lors de la soutenance.

J'ai eu la chance d'avoir été encadré par Fabienne TOUCHARD et Laurence CHOCINSKI, que je tiens à remercier. Tout d'abord, merci de m'avoir fait confiance pour la réalisation de cette thèse, merci également pour les échanges réguliers qui ont jalonné ces trois années et lors desquels vous m'avez largement conseillé et aiguillé.

Il est de notoriété publique qu'une thèse n'est pas uniquement le fruit d'un doctorant, mais aussi d'une équipe, que je tiens à remercier ici. Merci à Bastien pour le temps passé à mettre en œuvre les composites sous toutes les formes étudiées dans ce manuscrit, merci à Guillaume pour sa patience lors de la mise au point de la partie expérimentale, avec les interrogations qui en ont découlé. Merci également à David pour toutes les observations MEB, mais surtout pour les semaines passées à tomographier de nombreuses éprouvettes. Merci également à Florence, Médéric, Damien, ainsi que le personnel de l'atelier, Jacques, Nicolas et Laurent. Merci aux stagiaires que j'ai pu co-encadrer durant plusieurs phases de ma thèse ; je pense notamment à Quentin, qui va maintenant prendre la relève, mais aussi à Eloïse et à Philippe. Et merci également à Brigitte et à Karine pour l'humeur au beau fixe qu'elles ont toujours su nous transmettre, ainsi que Gérald pour son appui informatique au top.

Merci à tous les doctorants du labo, ainsi qu'à l'ATEM, pour l'ambiance de travail qui a toujours été agréable. Un merci tout particulier à Vincent et Carolina, pour leur bonne humeur, et tellement de bons souvenirs au bureau comme en dehors (on retourne en Corse ?). Merci à Maxime et à François pour les discussions scientifiques sans fins mais aussi pour les moments où la bonne cuisine devenait notre expérience favorite !

Merci à mes parents et à ma sœur pour leur soutien durant ces trois années, vous n'avez pu être là le jour de la soutenance, mais c'était tout comme. Merci à vous de toujours avoir cru en moi et de m'avoir fait garder la tête sur les épaules : une thèse expérimentale, c'est avant tout une grande expérience de bricolage !

Un remerciement particulier pour JB et Matthieu qui m'ont soutenu tout au long de la thèse sans jamais me laisser tomber, et m'ont régulièrement permis de m'évader le temps de week-ends ou de vacances ! Pour finir je voudrais remercier Justine pour sa patience, son soutien et sa motivation au quotidien, et dire que nous rédigeons ensemble dans un salon avec Léon !

Table des matières

Introduction	11
I. État de l'art	13
I.1. Composites à renfort d'origine végétale	15
I.1.1. Applications industrielles	15
I.1.2. Le chanvre	21
I.2. Vieillissement hydrique	24
I.2.1. Absorption d'eau et loi de Fick	24
I.2.2. Influence sur les caractéristiques mécaniques	29
I.3. Comportement en fatigue	32
I.3.1. Conditions expérimentales	32
I.3.2. Paramètres influençant la durée de vie	34
I.3.3. Comparaison avec les composites à fibres de verre	37
I.3.4. Influence du vieillissement hydrique	38
I.3.5. Modèles de fatigue	41
I.4. Analyse de l'endommagement	44
I.4.1. Microscopie	44
I.4.2. Suivi in situ par émission acoustique	46
I.4.2.1. Principe de détection de l'émission acoustique	47
I.4.2.2. Exemples d'applications	48
I.4.3. Analyse 3D par tomographie	50
I.4.3.1. Principe	50
I.4.3.2. Exemples d'analyses	51
I.5. Problématique de l'interface	52
I.5.1. Définition de l'interface	52
I.5.2. Les techniques de caractérisation de l'interface	52
I.5.3. Les tests de fragmentation	54
I.5.3.1. Principe	54
I.5.3.2. Exemples d'applications	56
I.5.4. Traitements du renfort	56
I.5.4.1. Traitements chimiques	57
I.5.4.2. Traitements physiques	58
Bilan sur l'état de l'art	60

II. Matériaux et techniques	61
II.1. Fabrication des composites	63
II.1.1. Résine époxy	63
II.1.1.1. Description de la résine	63
II.1.1.2. Optimisation du taux d'accélérateur	65
II.1.2. Mise en œuvre des composites tissés chanvre/époxy	67
II.1.2.1. Tissu Kantal	67
II.1.2.2. Elaboration	67
II.1.2.3. Caractéristiques matériau	69
II.1.3. Fabrication des éprouvettes monofilamentaires	71
II.1.3.1. Fil Oléron	71
II.1.3.2. Conception du moule et élaboration	71
II.2. Définition des conditionnements : Ambient, Eau, RH95 et Séché	72
II.3. Dispositifs des essais mécaniques	74
II.3.1. Traction et fatigue sur les composites tissés	74
II.3.2. Traction sur les constituants	76
II.3.3. Instrumentation par émission acoustique	78
II.3.3.1. Paramètres d'enregistrement	78
II.3.3.2. Reproductibilité	80
II.3.3.3. Procédure de classification	81
II.4. Techniques d'observation	85
II.4.1. Microscopie optique et électronique	85
II.4.2. Microtomographie à rayons X	87
II.4.2.1. Paramètres d'enregistrement	87
II.4.2.2. Méthode de segmentation	89
II.4.2.3. Essai de traction cyclée in situ	93
Bilan Chapitre II	96
III. Étude multi-échelle de la sensibilité à l'eau	97
III.1. Effet de l'humidité à l'échelle du composite tissé	99
III.1.1. Suivi gravimétrique et hygroscopique	99
III.1.1.1. Courbes d'absorption d'eau	99
III.1.1.2. Durée de séchage	102
III.1.1.3. Gonflement hygroscopique	104
III.1.2. Conséquences sur le comportement en traction quasistatique	105
III.1.2.1. Étude des grandeurs mécaniques	105

III.1.2.1.1.	Comparaison pour les trois orientations	105
III.1.2.1.2.	Choix des niveaux de fatigue	109
III.1.2.1.3.	Influence de la vitesse de traction	110
III.1.2.2.	Analyse des endommagements	111
III.1.2.2.1.	Suivi in situ par émission acoustique	112
III.1.2.2.2.	Observations des endommagements	119
III.2.	Effet de l'humidité à l'échelle des constituants	125
III.2.1.	Effets sur le fil de chanvre	125
III.2.2.	Comportement de la résine	126
III.2.3.	Influence de l'eau sur l'interface fil/résine	129
III.2.3.1.	Tests de fragmentation en conditionnement Ambient	129
III.2.3.1.1.	Apparition des fragments	129
III.2.3.1.2.	Calcul de l'IFSS	135
III.2.3.1.3.	Décohésion fil/matrice	139
III.2.3.2.	Comparaison avec le conditionnement Séché	142
	Bilan Chapitre III	146
IV.	Effet de l'humidité sur le comportement en fatigue	149
IV.1.	Mise en place des essais de fatigue	151
IV.2.	Durées de vie	152
IV.2.1.	Comparaison avec un composite à fibres de verre	152
IV.2.2.	Influence du conditionnement et modélisation	153
IV.3.	Évolution des grandeurs mécaniques	155
IV.4.	Analyse des endommagements	162
IV.4.1.	Analyse globale de l'activité acoustique	162
IV.4.2.	Les différents endommagements pour l'orientation [(0/90)] ₇	167
IV.4.3.	Les différents endommagements pour l'orientation [(±45)] ₇	177
	Bilan Chapitre IV	187
V.	Optimisation de l'interface	189
V.1.	Choix des traitements	191
V.2.	Optimisation du traitement au peroxyde d'hydrogène	193
V.3.	Optimisation du traitement par plasma froid	202
V.4.	Comparaison des traitements sélectionnés	206

V.5. Application à l'échelle du composite	209
V.5.1. Influence sur l'absorption d'eau	210
V.5.2. Influence sur le comportement en traction	210
V.5.2.1. Courbes maîtresses de traction	211
V.5.2.2. Activité acoustique en quasistatique	213
V.5.3. Influence sur le comportement en fatigue	216
V.5.3.1. Comparaison des grandeurs mécaniques	216
V.5.3.2. Analyse des endommagements	219
Bilan du chapitre V	223
Conclusions et perspectives :	225
Références :	229

Introduction

Le chanvre est une plante utilisée en Europe depuis des centaines d'années, dans les domaines textile, naval, papetier, et plus récemment en tant qu'isolant, béton de chanvre, ou renfort d'éco-composites dans l'automobile. Dans le passé, lors de la conquête de l'Amérique notamment, les voiles et cordes de bateaux étaient préférentiellement constituées de chanvre en raison de ses bonnes performances mécaniques et de ses propriétés antifongiques. Avec le développement du moteur à vapeur, le chanvre a vu sa production fortement diminuer, mais n'a pas disparu, puisque la France est encore le plus gros producteur européen. La nécessité environnementale de modifier notre société de consommation et donc de production vers une économie plus durable, nous incite à développer de nouveaux matériaux tels que les composites à renfort d'origine végétale qui constituent une alternative écologique aux matériaux composites traditionnels. En effet, les composites à fibres de verre représentent 90% en volume des composites utilisés aujourd'hui. Les fibres de chanvre, qui sont des fibres libériennes, sont responsables du maintien vertical de la plante de chanvre. Elles ont des propriétés mécaniques spécifiques comparables à celles des fibres de verre. Avec un coût de revient des fibres de chanvre plus faible que celui des fibres de verre, la fabrication d'éco-composites à renfort de chanvre devient envisageable à l'échelle industrielle.

Cependant, dans le cas des composites à fibres végétales, le renfort est fortement hydrophile par rapport à la matrice polymère, contrairement aux composites à fibres de verre. Cette différence d'hydrophilie est à l'origine d'une faible qualité d'adhésion à l'interface fibre/matrice et d'une grande sensibilité à l'humidité, ce qui freine le développement de ces éco-matériaux. Il est donc nécessaire d'étudier l'influence de l'eau sur le comportement mécanique de ces éco-matériaux, et en particulier sur leur tenue en fatigue, souvent déterminante pour de nombreuses applications industrielles.

Ces travaux de thèse portent donc sur l'influence du vieillissement hydrique sur les propriétés en fatigue et l'endommagement d'un composite à renfort tissé chanvre/époxy. L'adhésion à l'interface fil/matrice est également analysée et des traitements physique et chimique sont testés.

Les travaux sur les éco-composites chanvre/époxy ont débuté à l'institut P' avec la thèse de Claire Bonnafous (Bonnafous, 2011), qui portait sur le comportement mécanique en traction avec une analyse multi-échelle des mécanismes d'endommagement. Par la suite, le comportement en fatigue avant et après impact a été étudié par Davi S. de Vasconcellos (Vasconcellos, 2013). Amélie Perrier a ensuite étudié l'influence du vieillissement hydrique sur le comportement en traction quasistatique du matériau (Perrier, 2016). Cette thèse s'inscrit donc dans la continuité de

ces travaux, avec l'étude de l'influence du vieillissement hydrique sur le comportement en fatigue du composite chanvre/époxy, et propose également une optimisation de l'adhésion à l'interface fibre/matrice par différents traitements.

Le manuscrit est composé de cinq parties.

La première partie de ce manuscrit donne un état de l'art sur les composites à renfort d'origine végétale, et en particulier sur leur comportement en fatigue. Les différentes méthodes de caractérisation des endommagements et d'analyse de l'interface fibre/matrice sont comparées ; les traitements utilisés dans la littérature pour améliorer l'adhésion à l'interface sont également présentés.

La partie suivante est consacrée à la présentation du matériau étudié et de sa mise en œuvre. Les différentes techniques et conditions d'essai sont présentées, ainsi que les conditionnements mis en place : Ambient, Eau, RH95 et Séché. Les méthodes d'analyse de l'endommagement par microscopique, émission acoustique et microtomographie sont aussi précisées.

La troisième partie présente une analyse multi-échelle de l'influence des différents conditionnements sur le comportement en traction. Les effets de l'humidité et du séchage sont investigués. Les évolutions des propriétés du composite tissé et de ses constituants – la matrice, le fil et l'interface fil/matrice – sont étudiées. Les mécanismes et les cinétiques d'endommagement sont analysés.

Dans la quatrième partie, les propriétés de l'éco-composite en fatigue sont déterminées expérimentalement puis modélisées par un modèle phénoménologique. Le modèle est appliqué pour chaque orientation et chaque conditionnement. L'influence de l'humidité sur la sensibilité à la fatigue est analysée. Une étude des mécanismes d'endommagement est proposée, en s'appuyant sur les paramètres mécaniques enregistrés pendant les essais, tels que les déformations extrémales, le module sécant et l'aire des boucles d'hystérésis, mais aussi grâce au suivi in situ par émission acoustique et aux microtomographies effectuées après rupture des éprouvettes.

La dernière partie présente l'application de différents traitements sur le fil de chanvre afin d'améliorer l'adhésion à l'interface. Des essais de fragmentation sont effectués afin de déterminer les valeurs de contrainte maximale de cisaillement à l'interface (IFSS) pour chaque traitement. Une procédure de traitement du renfort tissé est ensuite mise en place afin de fabriquer un composite à renfort de chanvre traité. Ce composite est ensuite testé en traction et en fatigue et comparé au composite non traité.

Chapitre I :

État de l'art

Ce chapitre propose une revue bibliographique dans le domaine des composites à renfort d'origine végétale. Une présentation de leurs applications et limitations est tout d'abord effectuée, et en particulier les problématiques de vieillissement hydrique sont détaillées. Les méthodes d'analyse des comportements mécaniques et de l'endommagement sont ensuite traitées. Pour finir, les techniques de caractérisation de l'interface fibre/matrice ainsi que les différents traitements possibles du renfort, destinés à améliorer l'adhésion interfaciale, sont présentés.

I.1. Composites à renfort d'origine végétale

Au cours des vingt dernières années, les fibres d'origine végétale se sont révélées être une alternative écologique intéressante aux fibres de verre dans les composites à matrice organique (Faruk et al., 2012; Koronis et al., 2013; La Mantia and Morreale, 2011; Manaia et al., 2019; Pickering et al., 2016; Shah, 2013; Shahzad, 2012a). Cependant, en 2019, les composites à renfort de fibres de verre représentaient encore 95% en volume du marché européen des composites (Witten E, 2019). Le potentiel de croissance des fibres végétales dans le secteur industriel est donc très important.

I.1.1. Applications industrielles

Les composites prennent une part de plus en plus importante dans l'industrie notamment dans le secteur des transports où ils répondent à la problématique d'allègement des structures par rapport à des solutions équivalentes en matériaux métalliques. Ces problématiques d'allègement sont étroitement liées aux enjeux écologiques. La consommation énergétique et la pollution dans le secteur des transports dépendent en effet directement de la masse du véhicule, indépendamment du type de motorisation. La commission européenne a par exemple donné comme consigne d'abaisser les émissions de CO₂ par kilomètre des voitures neuves en dessous des 95 grammes avant le 31 décembre 2020, sous peine de lourdes sanctions pour les constructeurs (Le conseil du Parlement Européen, 2019). Dans ce contexte, le composite apparaît comme une solution d'allègement économiquement viable face aux peines encourues.

Composite, oui, mais quel type de composite ?

Il existe une grande variété de composites à matrice organique, du composite à fibres longues de carbone dans une matrice époxy jusqu'au composite à feutre végétal dans une matrice PLA. La première différence fondamentale entre les fibres d'un renfort est leur provenance (Fig. I.1). Les fibres classiquement utilisées sont minérales, et peu écologiques. Quant aux fibres végétales, elles peuvent provenir de nombreuses origines, de la tige au fruit, et présenter des caractéristiques mécaniques variables. Un de leurs avantages notable est qu'elles proviennent de plantes annuelles, elles sont donc issues de ressources renouvelables rapidement.

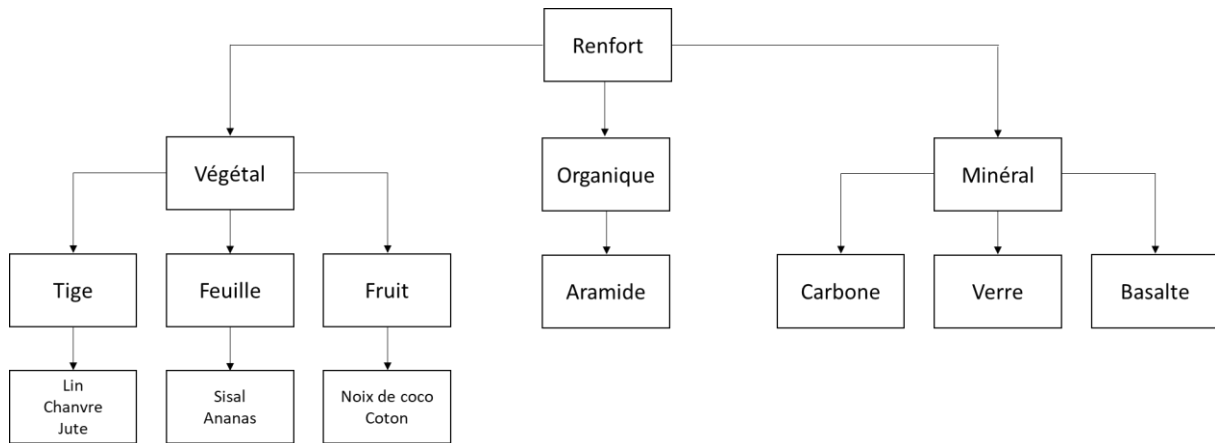


Fig. I.1: Classification des différents renforts de composites.

Matrice organique, mais thermodurcissable ou thermoplastique ?

La matrice d'un composite a pour but de conserver l'orientation du renfort et l'intégrité du composite. Il existe deux grandes familles de matrice organique : les thermodurs et les thermoplastiques. Les thermoplastiques sont des polymères non réticulés qui peuvent, après mise-en-forme, repasser à l'état liquide par chauffage. Cette propriété les rend recyclables. Les thermodurs quant à eux sont des polymères fortement réticulés, non recyclables, mais qui possèdent généralement de meilleures propriétés mécaniques (Tab. I.1). Pour les fibres d'origine végétale, une matrice 100% bio-sourcée pourrait-être envisagée, ce qui permettrait d'obtenir un composite à matrice organique totalement indépendant de la pétrochimie. Mais ces polymères présentent, pour l'instant, de faibles propriétés mécaniques (voir par exemple le PLA dans Tab. I.1).

Polymer	Price (kg USD)	Density (g/cm ³)	Failure Strain (%)	Tensile Strength (MPa)	Young's Modulus (GPa)	Glass Trans. Temp. (T _g °C)	Melting Temp. (T _m °C)
Thermoplastics							
PP	1.65	0.89–0.92	20–400	30–40	1.1–1.6	–10 to –23	161–170
HDPE	1.76	0.94–0.96	2–130	14.5–38	0.4–1.5	–100 to –60	120–140
PS	2.14	1.04–1.06	1–2.5	25–69	4–5	100	110–135
PLA	2.42	1.21–1.25	2.5–6	21–60	0.35–3.5	45 to 60	150–162
Thermosets							
Epoxy	-	1.1–1.4	1–6	35–100	3–6	60 to 170	-
Polyester	-	1.2–1.5	4–7	40–90	2–4.5	–47 to 120	-

Tab. I.1 : Propriétés des matrices polymères classiquement utilisées dans les composites à fibres végétales (Manaiia et al., 2019).

Mécaniquement, une fibre végétale est-elle comparable à une fibre synthétique ?

Pour pouvoir comparer les propriétés des composites à fibres végétales par rapport à celles des composites à fibres de verre, on peut tracer des diagrammes de Ashby (Dicker et al., 2014). Par exemple, la figure I.2 présente un diagramme avec la contrainte à rupture en fonction de la rigidité, rapportées à la densité. Ce diagramme montre la proximité en termes de propriétés spécifiques entre la ramie, le jute, le chanvre, le lin et les fibres de verre. Le lin et le chanvre possèdent une contrainte à rupture spécifique plus faible mais une rigidité spécifique supérieure à celles des fibres de verre. Ces fibres végétales sont donc compétitives par rapport aux fibres synthétiques de verre.

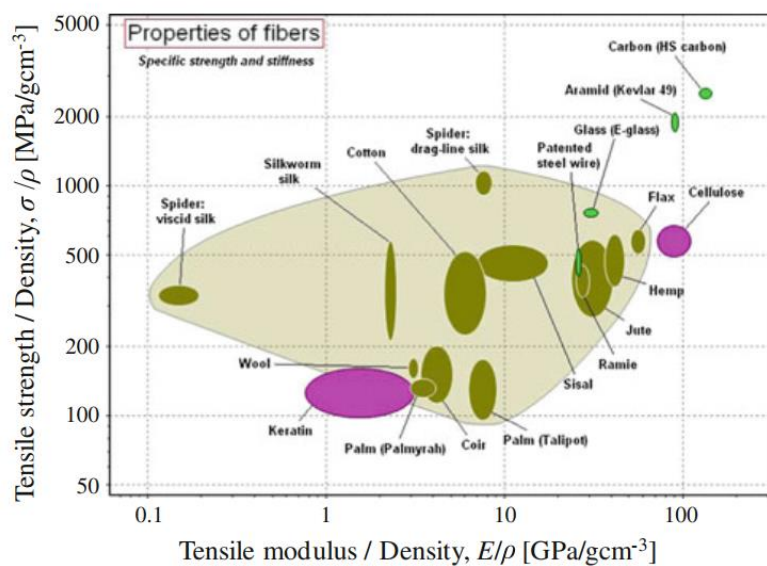


Fig. I.2: Diagramme de Ashby pour les grandes familles de fibres végétales et les fibres synthétiques comme le carbone, le verre ou l'aramide (Shah, 2013).

D'une plante à l'autre, les propriétés mécaniques des fibres peuvent être très différentes. Une comparaison est donc nécessaire afin de ne sélectionner que les meilleures candidates à des applications de type renfort de composite. Une représentation graphique est proposée sur la figure I.3 pour comparer des critères industriellement déterminants à savoir la densité, la contrainte et la déformation à rupture en traction, la rigidité et le prix.

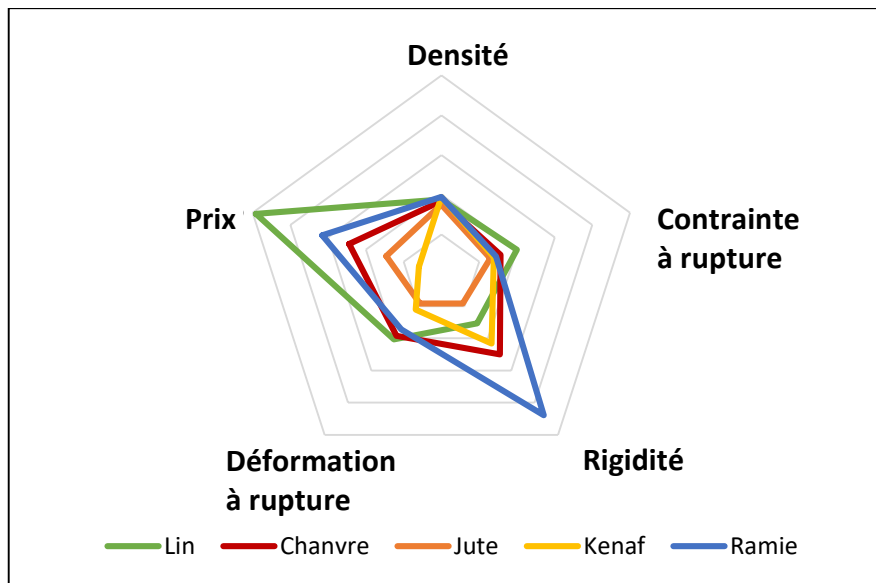


Fig. I.3 : Comparaison de la densité, des contraintes et déformations à rupture en traction, de la rigidité et du prix pour cinq fibres végétales, d'après les travaux de Koronis (Koronis et al., 2013).

D'après la figure I.3, deux espèces végétales semblent mécaniquement moins intéressantes que les autres, le kénaf et le jute. Le lin possède la contrainte à rupture la plus élevée et la ramie la rigidité la plus importante. Le chanvre possède une contrainte à rupture plus élevée que la ramie et une rigidité plus importante que le lin, pour un coût moindre (Koronis et al., 2013). Cette comparaison entre plusieurs fibres d'origine végétale a également été menée par Wambua (Wambua et al., 2003), avec des fibres de cinq espèces végétales (Fig. I.4). Dans cette étude, les composites à renfort végétal sont élaborés par thermocompression à partir de feutre végétal et d'une matrice en polypropylène. Le composite à renfort de chanvre possède les contraintes à rupture les plus importantes à la fois en traction et en flexion (Fig. I.4).

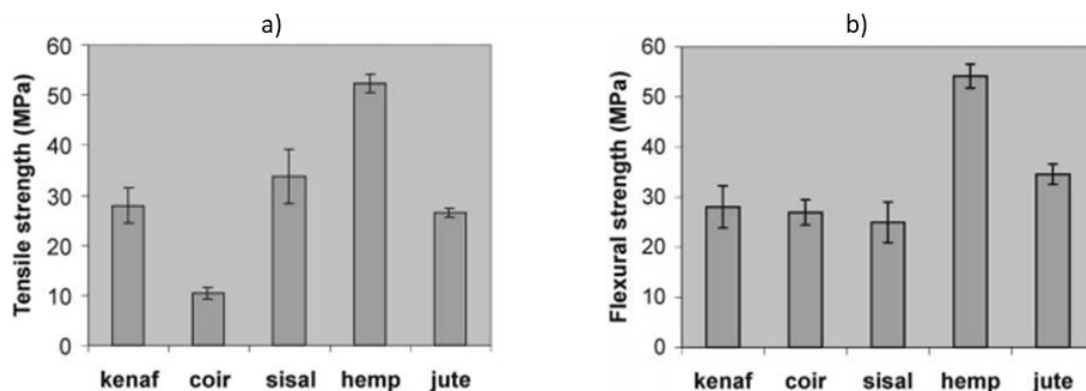


Fig. I.4 : a) Contrainte à rupture en traction et b) contrainte à rupture en flexion, pour des composites à fibres végétales et à matrice polypropylène (Wambua et al., 2003).

Financièrement, le coût d'un renfort végétal est-il comparable à celui d'un renfort synthétique ?

Les fibres végétales étant compétitives sur le plan mécanique par rapport aux fibres de verre, un frein au développement pourrait être leur coût. Une étude de Dittenber et GangaRao (Dittenber and GangaRao, 2012) détermine le coût d'un mètre linéaire de fibres nécessaire pour résister à un chargement en traction de 100 kN, pour des fibres végétales et des fibres de verre (Fig. I.5).

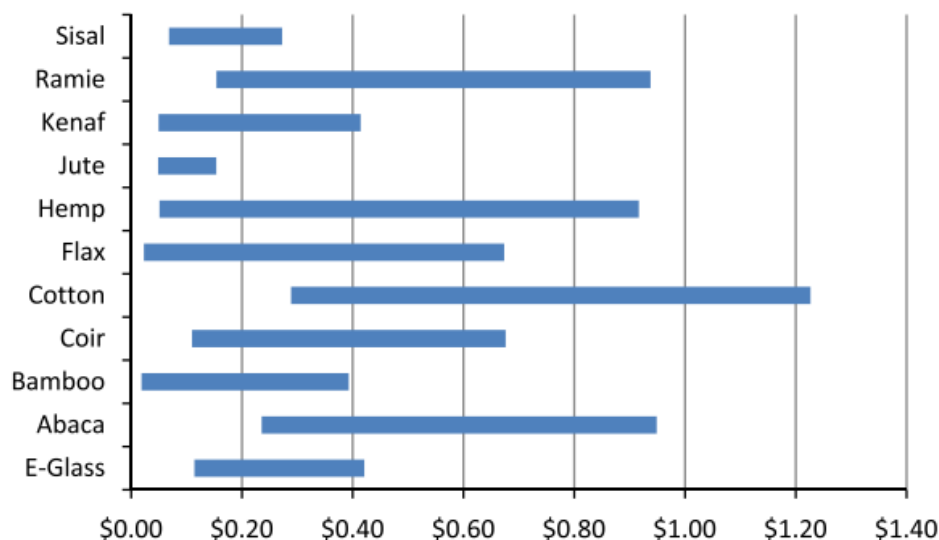


Fig. I.5 : Coût du mètre linéaire de fibres permettant de résister à une contrainte de 100 kN, en US Dollars (Dittenber and GangaRao, 2012).

Le coût est moindre ou équivalent pour 7 des 10 espèces végétales proposées dans cette étude (Dittenber and GangaRao, 2012). Cette étude montre un intérêt économique possible, en plus de la démarche écologique, à l'utilisation de fibres végétales comme renfort dans les composites à matrice organique.

Les fibres végétales sont renouvelables mais quel est leur bilan carbone?

Les fibres végétales sont renouvelables, mais leur culture n'est pas sans conséquence environnementale. Un bilan écologique se doit d'être dressé. Une comparaison sur la production des fibres de chanvre et des fibres de verre a été proposée par Shahzad (Shahzad, 2012a) (Tab. I.2).

	Hemp fiber	Glass fiber
Power consumption (MJ)	3.4	48.3
CO₂ emission (kg)	0.64	20.4
SO_x & NO_x emission (g)	2.15	11.7

Tab. I.2 : Paramètres environnementaux pour la fabrication d'1kg de fibres selon l'étude de Shabzad (Shabzad, 2012a).

Il ressort de ces travaux que la production de fibres de chanvre est quinze fois moins énergivore que la production de fibres de verre, avec un équivalent CO₂ plus de trente fois moindre. Ces chiffres sont très significatifs. Une explication d'une telle différence vient de l'élaboration des fibres de verre qui met en jeu de nombreuses espèces chimiques, et une température de l'ordre de 1500°C, dans des fours verriers très énergivores.

Les composites à fibres végétales sont-ils déjà présents dans l'industrie ?

Les éco-composites ayant une vingtaine d'année, de nombreux secteurs industriels ont commencé à les employer, comme le secteur automobile (Fogorasi and Barbu, 2017; Koronis et al., 2013), le secteur aéronautique (Scarponi, 2011) ou le nautisme (Castegnaro et al., 2017).

Dans le secteur automobile, des véhicules de série sont munis de pièces en éco-composites (Manaia et al., 2019). Les applications restent cependant cantonnées à des pièces faiblement sollicitées mécaniquement (Tab. I.3).

Manufacturer	Model	Application
Audi	A2, A3, A4, A4 Avant, A6, A8, Roadster, Coupe	Trunk liner, spare tire lining, side and back door panel, seat back, and hat rack
BMW	3, 5, and 7 series	Seat back, headliner panel, trunk liner, door panels, noise insulation panels, and molded footwell linings
DaimlerChrysler	A, C, E, and S class, EvoBus (exterior)	Pillar cover panel, door panels, car windshield/car dashboard, and business table.
Fiat	Punto, Brava, Marea, Alfa Romeo 146, 156, 159	Door panel
Mercedes Benz	C, S, E, and A classes	Door panels, glove box, instrument panel support, insulation, molding rod/apertures, seat back rest panel, trunk panel and seat surface/backrest
	Trucks	Internal engine cover, engine insulation, sun visor, interior insulation, bumper, wheel box, and roof cover.
Volvo	V70, C70	Seat padding, natural foams, and cargo floor tray

Tab. I.3 : Composites à renfort d'origine végétale dans les applications automobiles (Manaia et al., 2019).

Dans cette thèse, pour envisager des applications semi-structurales dans le secteur automobile, le renfort d'origine végétale sera un tissu de chanvre et la matrice sera une résine époxy, afin de maximiser les propriétés mécaniques du composite.

I.1.2. Le chanvre

Dans ce travail de thèse, le choix du chanvre (*Cannabis sativa*) a été effectué en raison de ses propriétés mécaniques élevées, de son faible coût et de la disponibilité de renforts tissés sur le marché. C'est une plante cultivée historiquement dans l'ancienne région Poitou-Charentes. De plus, le chanvre est un antifongique naturel et sa culture ne nécessite ni engrais ni herbicide ou insecticide, contrairement au lin par exemple (Liu et al., 2017). Une étude antérieure a également montré que le chanvre a besoin de très peu d'eau (Bonnafous, 2011).

Quelle structure possède la tige de chanvre ?

La structure du chanvre est celle d'une plante classique avec une tige constituée, du centre vers la périphérie de la tige, de :

- la moelle,
- le xylème,
- le réseau médullaire,
- le phloème,
- l'écorce,
- l'épiderme.

Les faisceaux de fibre, qui sont utilisés pour les applications mécaniques, sont extraits du phloème. Ils possèdent un diamètre moyen de l'ordre de 50 μm et sont composés de fibres élémentaires. Ces fibres élémentaires ont un diamètre d'environ 10 μm et sont constituées d'un empilement de parois faites de micro-fibrilles, ainsi que d'un lumen central (Fig. I.6).

A l'échelle du faisceau de fibres, chaque espèce végétale possède une composition chimique propre, qui se partage entre plusieurs constituants qui sont : la cellulose, l'hémicellulose, la lignine et les cires (Faruk et al., 2012). Les compositions chimiques entre espèces de plantes sont très différentes, avec notamment des proportions de cellulose variant de 30 à 70 % (Tab. I.4).

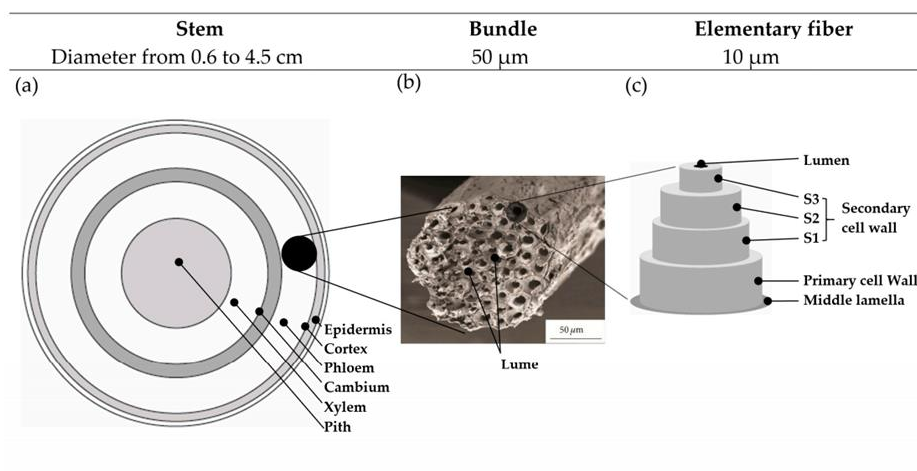


Fig. I.6 : Structure du chanvre : a) section de la tige, b) faisceau de fibres et c) schématisation de la fibre élémentaire (Manaia et al., 2019).

Fiber	Cellulose (wt%)	Hemicellulose (wt%)	Lignin (wt%)	Waxes (wt%)
Bagasse	55.2	16.8	25.3	-
Bamboo	26-43	30	21-31	-
Flax	71	18.6-20.6	2.2	1.5
Kenaf	72	20.3	9	-
Jute	61-71	14-20	12-13	0.5
Hemp	68	15	10	0.8
Ramie	68.6-76.2	13-16	0.6-0.7	0.3
Abaca	56-63	20-25	7-9	3
Sisal	65	12	9.9	2
Coir	32-43	0.15-0.25	40-45	-
Oil palm	65	-	29	-
Pineapple	81	-	12.7	-
Curaua	73.6	9.9	7.5	-
Wheat straw	38-45	15-31	12-20	-
Rice husk	35-45	19-25	20	14-17
Rice straw	41-57	33	8-19	8-38

Tab. I.4 : Composition chimique de fibres naturelles communes (Faruk et al., 2012).

Le chanvre et le lin apparaissent comme deux fibres très proches en termes de constitution chimique. Le chanvre est une fibre végétale fortement cellulosique (68%), avec 15% d'hémicellulose et 10% de lignine. La cellulose est un polysaccharide semi-cristallin qui est l'espèce chimique responsable, entre autres, des bonnes caractéristiques mécaniques du chanvre, mais aussi de son hydrophilie (Huber et al., 2012).

De la plante au fil

L'extraction des fibres de la tige de la plante est un procédé relativement complexe qui débute par le rouissage de la tige, qui consiste traditionnellement en une disposition en andain sur le champ de culture, entre humidité du terrain et chaleur du soleil durant plusieurs semaines. Ce rouissage permet la destruction enzymatique de la pectose, ce qui facilite l'extraction des faisceaux de fibres. Une fois les tiges rouies, il faut séparer les faisceaux de fibres (Fig. I.7.a), puis les teiller

(Fig. I.7.b), et les peigner grossièrement puis finement (Fig. I.7.c,d). Le dernier peignage permet d'aligner les faisceaux de fibres.

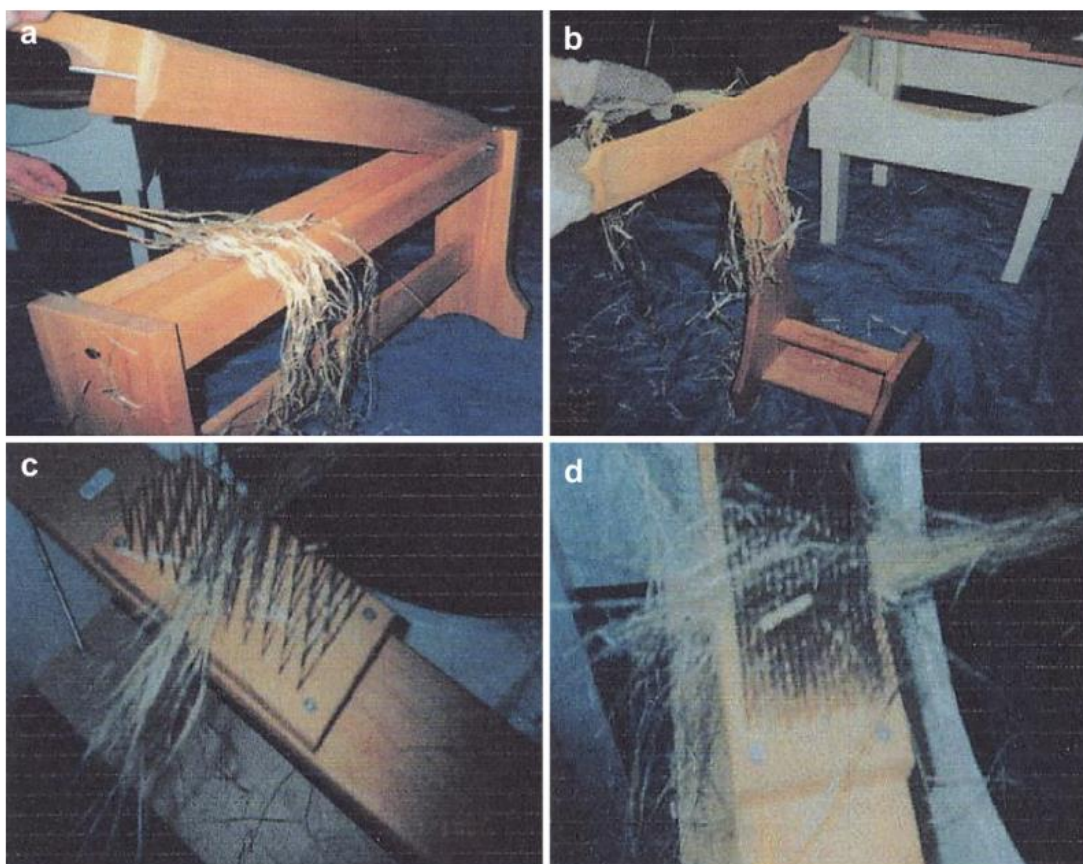


Fig. I.7 : Préparation des fibres de chanvre : a) séparation des faisceaux de fibre, b) teillage des fibres, c) peignage grossier et d) peignage fin (Rahman Khan et al., 2011).

Les fibres naturelles, contrairement aux fibres synthétiques, ont une longueur finie. Dans le cas du chanvre, la longueur des fibres élémentaires va de 8 à 14 mm (Shahzad, 2012a), ce qui est relativement important. Cette longueur, suffisante pour réaliser des fibres courtes ou des feutres, ne permet pas d'obtenir un renfort continu.

Le filage est donc une étape indispensable à l'obtention d'un renfort continu. Le filage consiste à donner à l'ensemble des fibres et faisceaux de fibres un angle de torsion par rapport à l'axe du fil. Cet angle est une donnée importante car il doit être suffisamment grand pour assurer la cohésion du fil mais suffisamment faible pour conserver au mieux les propriétés mécaniques des fibres dans leur direction longitudinale. Les fils pourront ensuite être tissés pour obtenir un renfort continu tissé.

Pourquoi l'utilisation du chanvre dans les composites n'est pas plus répandue?

La place du chanvre dans des applications structurales n'est pas une idée du 21^{ème} siècle. Dans les années 1930, Henry Ford avait pour projet de développer une voiture 100% naturelle et y est parvenu en 1941 avec le chanvre (Preveraud, 2014). De même, Lotus a allié chanvre et sportivité dans l'Eco Elise en 2008, en remplaçant de nombreuses pièces de carrosserie, notamment le capot, par un composite à renfort de feutre de chanvre (Leblanc, 2008). Plus récemment, des planches de surf en composite sandwich à renfort tissé de chanvre confectionnées en France sont proposées à la vente (Noisillier, 2018). Le Tableau I.5 permet de faire le bilan des avantages et des inconvénients des composites à fibres de chanvre.

Advantages	Disadvantages
Low density, high specific stiffness and strength.	Lower durability when compared with synthetic fiber, but can be improved through chemical and physical treatments.
Are from a renewable resource, therefore little energy is required for their production.	High moisture absorption, which results in swelling. Dimension instability.
The production costs of natural fibers are lower than those for synthetic fiber.	Lower strength.
Low health hazards during the manufacturing processes.	High variability of properties such as growth condition, harvesting methods, and maturity.
Low emission of toxic fumes when subjected to heat and during incineration at end of life.	Matrix options are limited due to lower processing temperatures.
Are less abrasive to processing equipment than synthetic fibers.	Poor matrix-fiber interfacial adhesion.
Good thermal and acoustic properties.	Flammable, sensitive to UV, microbial, and fungus attack.

Tab. I.5 : Avantages et inconvénients des composites à fibres de chanvre (Manaia et al., 2019).

Le Tableau I.5 montre que les éco-composites à fibres de chanvre ont de nombreux avantages sur leurs concurrents directs, les composites à fibres de verre : ils sont écologiques, renouvelables, et moins dangereux pour la santé. Il reste cependant des problématiques à explorer, qui freinent le développement de ces éco-composites, comme leur durabilité, et en particulier leur tenue en fatigue après vieillissement hydrique, et l'optimisation de l'interface fibre/matrice.

I.2. Vieillissement hydrique

I.2.1. Absorption d'eau et loi de Fick

La problématique du vieillissement hydrique est exacerbée dans les composites à renfort d'origine végétale par la différence de propriété entre le renfort, hydrophile, et la matrice, comparativement hydrophobe. Un suivi gravimétrique permet de connaître les cinétiques d'absorption et les prises en eau maximales de ces éco-composites.

L'équation permettant de suivre la prise en eau est l'équation suivante (Eq. I.1) :

$$M_t = \frac{W_t - W_i}{W_i} \times 100 \quad \text{Eq. I.1}$$

avec :

M_t la variation relative de masse en %,

W_t la masse de l'éprouvette à l'instant t en g,

W_i la masse initiale de l'éprouvette en g.

Les composites à renfort de chanvre, que ce soit des fibres courtes, du feutre ou un tissé, sont sensibles à l'humidité. Dayo et al. étudient par exemple l'influence de l'humidité relative et de la température sur la prise en eau d'un composite à fibres courtes de chanvre et à matrice polybenzoxazine (Dayo et al., 2020). Dans cette étude, deux tendances sont identifiées (Fig. I.8) :

- plus la température est élevée plus la cinétique de prise en eau est importante,
- plus l'humidité relative (RH) est importante plus la cinétique de prise en eau est rapide.

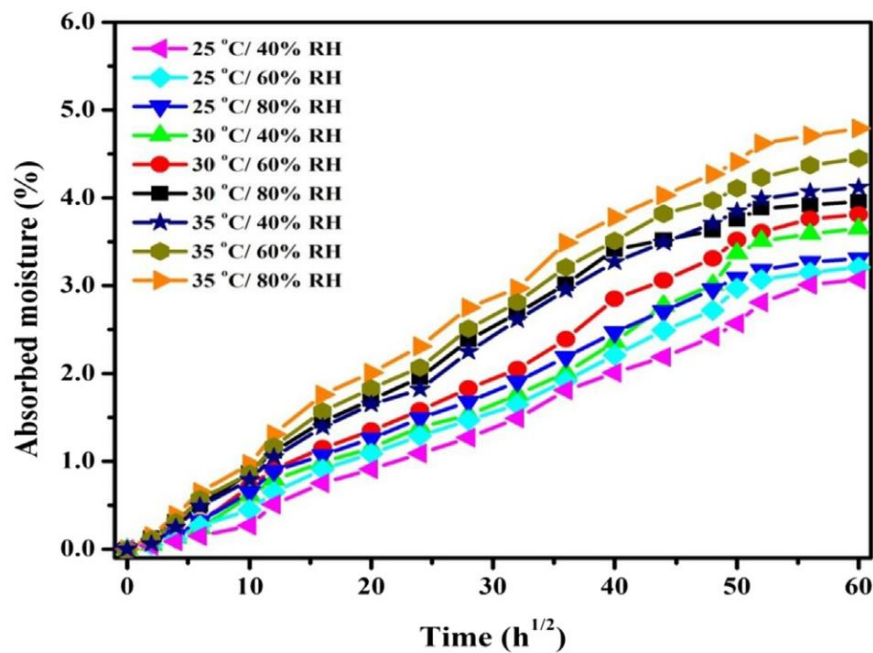


Fig. I.8 : Suivi gravimétrique d'un composite à fibres courtes de chanvre et à matrice polybenzoxazine pour différentes températures et différents niveaux d'humidité relative (RH) (Dayo et al., 2020).

Dans les travaux de Shahzad, des suivis gravimétriques sur des composites à renfort de feutre de chanvre et à résine polyester ont été menés (Shahzad, 2012a). Les résultats montrent que la prise en eau se stabilise vers 16%. Cette étude donne également l'influence de la proportion de

fibres dans le composite : plus la fraction de renfort est élevée, plus la prise en eau maximale est importante.

Une comparaison de composites à renfort continu de fibres végétales et à matrice époxy a été réalisée par Maslinda et al. (Maslinda et al., 2017). Le renfort naturel dans cette étude est un tissu, soit d'une espèce végétale unique, kénaf, jute ou chanvre, soit d'une hybridation de deux espèces différentes entre fil de chaîne et fil de trame. Les composites étudiés possèdent une fraction volumique de renfort de $30 \pm 2 \%$.

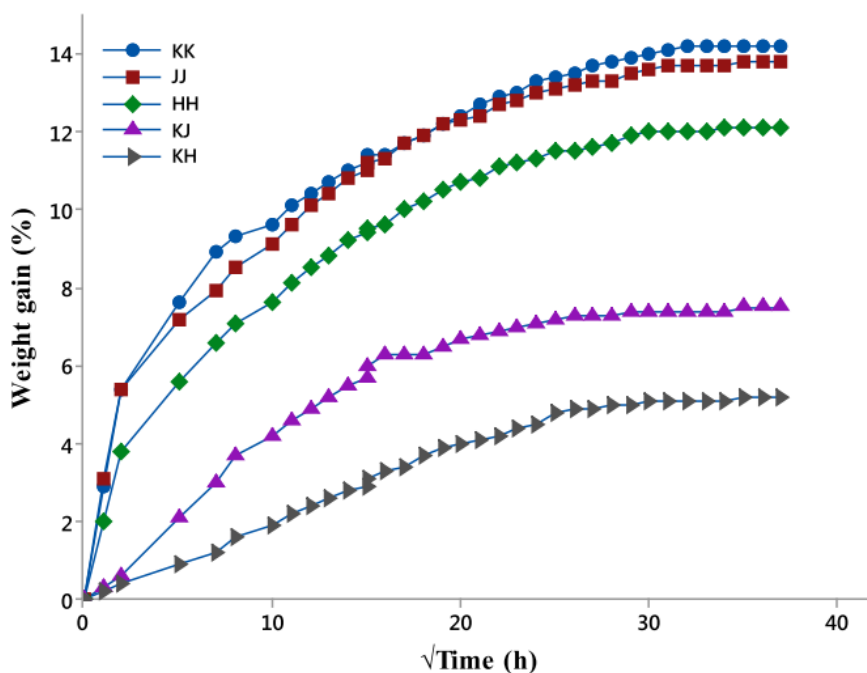


Fig. I.9 : Suivi gravimétrique de composites à matrice époxy et à renfort tissé de kénaf (KK), de jute (JJ), de chanvre (HH), ou d'hybridation kénaf-jute (KJ) ou kénaf-chanvre (KH) (Maslinda et al., 2017).

La figure I.9 montre que l'hybridation du tissu entre le fil de trame et le fil de chaîne diminue la valeur maximale de prise de masse, mais également la cinétique d'absorption (d'un facteur deux pour les deux paramètres). Le composite à renfort de chanvre est le composite non hybride ayant la plus faible prise en eau, comparativement au kénaf et au jute. Le gain de masse à saturation du composite tissé chanvre/époxy s'élève à environ 12 % (Fig. I.9).

Loi de Fick

Le suivi gravimétrique permet d'établir une courbe de prise en eau expérimentale pour un composite donné. Différents modèles peuvent ensuite s'appliquer pour modéliser cette courbe. Le

but est d'obtenir le coefficient de diffusion de l'eau dans le matériau ainsi que la teneur relative en eau à saturation. Ces valeurs autorisent par la suite des comparaisons entre éco-composites.

Par exemple, le modèle de diffusion Dual-Fick modélise une absorption fickienne en deux étapes avec des coefficients distincts pour le renfort et pour la matrice. Le modèle de Langmuir quant à lui identifie les proportions d'eau libre et d'eau liée dans le matériau, et l'échange entre ces deux états. Cependant, plusieurs études ont montré que le comportement à l'absorption d'eau de composites à fibres de chanvre est tout simplement fickien. La figure I.10 présente le cas d'un composite à renfort de feutre de chanvre et à résine polyester (Shahzad, 2012a).

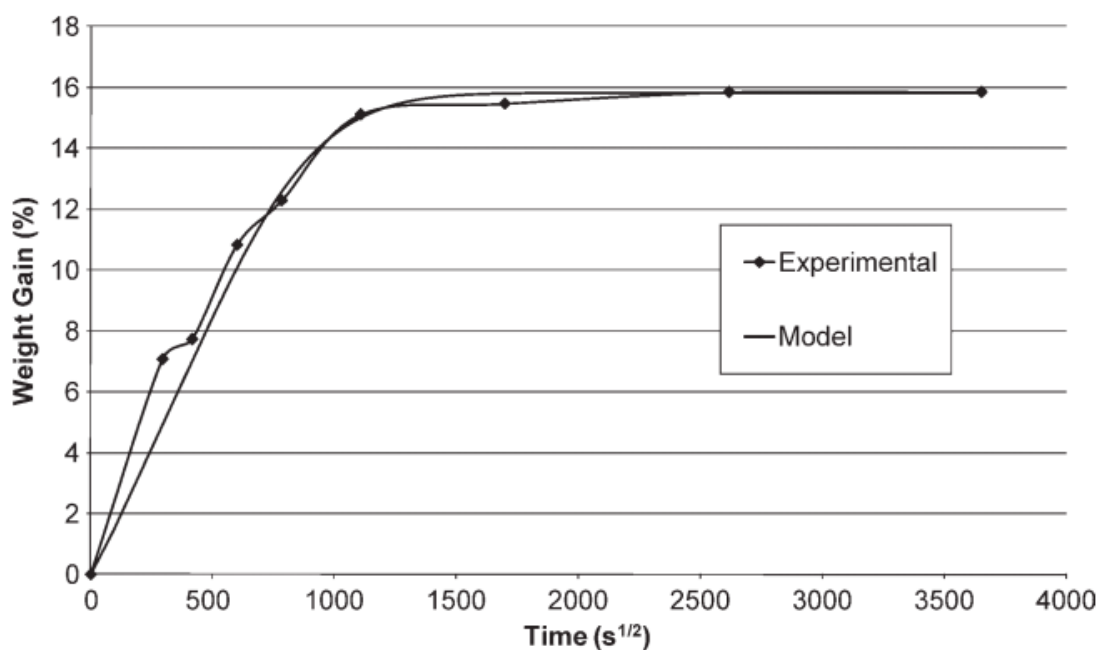


Fig. I.10 : Courbe de prise en eau expérimentale d'un composite à renfort de feutre de chanvre et à matrice polyester avec modèle de la loi de Fick (Shahzad, 2012a).

La prise en eau d'un matériau peut être considérée comme suivant la loi de Fick 1D si elle se découpe en deux domaines : le premier domaine doit être linéaire en fonction de la racine du temps et le second doit être un plateau, correspondant à la saturation en eau du matériau (Jiang et al., 2013). Cette loi de diffusion, la plus simple, s'applique à un grand nombre de cas dont l'étude de certains composites à renfort d'origine végétale. Le coefficient de diffusion ne dépend alors que de la température, d'où l'équation à une dimension suivante (Eq. I.2) :

$$\frac{\delta C}{\delta t} = D \times \frac{\delta^2 C}{\delta x^2} \quad \text{Eq. I.2}$$

avec :

- C la concentration en eau,
- D le coefficient de diffusion en mm^2/s ,
- x la coordonnée spatiale en mm,
- t le temps en s.

Le modèle de diffusion de Fick, traduisant la prise en masse relative d'un échantillon due à l'absorption d'eau, s'écrit :

$$\frac{M_t}{M_\infty} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^2} e^{-\frac{D(2n+1)^2 \pi^2 t}{h^2}} \quad \text{Eq. I.3}$$

avec :

- M_t la prise en masse relative à l'instant t ,
- M_∞ la prise en masse relative à saturation,
- D le coefficient de diffusion en mm^2/s ,
- h l'épaisseur de l'éprouvette en mm,
- t le temps en s.

Cette équation a été simplifiée par Shen et Springer (Shen and Springer, 1976) avec les équations Eq. I.4 et Eq. I.5 :

$$\frac{M_t}{M_\infty} = 1 - e^{-7.3 \left(\frac{-Dt}{h^2} \right)^{0.75}} \quad \text{Eq. I.4}$$

$$D = \pi \left(\frac{h \times k}{4 \times M_\infty} \right)^2 \quad \text{Eq. I.5}$$

avec :

- M_t la prise relative en masse à l'instant t ,
- M_∞ la prise en masse relative à saturation,
- D le coefficient de diffusion en mm^2/s ,
- t le temps en s,
- k la pente de la courbe d'absorption à l'origine en $\text{s}^{-0.5}$,
- h l'épaisseur de l'éprouvette en mm.

Par exemple, la valeur moyenne du coefficient de diffusion d'un composite feutre de chanvre/polyester est de $8,7 \times 10^{-13} \text{ m}^2/\text{s}$ (Shahzad, 2012a).

I.2.2. Influence sur les caractéristiques mécaniques

De nombreux travaux ont été menés sur l'étude de l'influence du vieillissement hydrique sur les caractéristiques mécaniques quasistatiques des éco-composites (Assarar et al., 2011; Maslinda et al., 2017; Muñoz and García-Manrique, 2015), notamment sur des composites à renfort de chanvre, avec des fibres courtes, moyennes ou longues (Ahmad et al., 2018; Misnon et al., 2018; Shahzad, 2012b; Toubal et al., 2016).

Les conséquences du vieillissement hydrique sur le comportement en traction d'un composite chanvre/polypropylène à fibres courtes ont été étudiées par Toubal et al. (Toubal et al., 2016). Cette étude a montré que plus la teneur en eau du composite est importante, plus la rigidité et la contrainte à rupture du matériau sont diminuées (Fig. I.11). La déformation à rupture quant à elle est augmentée par le vieillissement hydrique. Finalement, cette étude montre que, plus la teneur en eau du composite augmente, plus son comportement mécanique se rapproche de celui du polypropylène seul (Toubal et al., 2016).

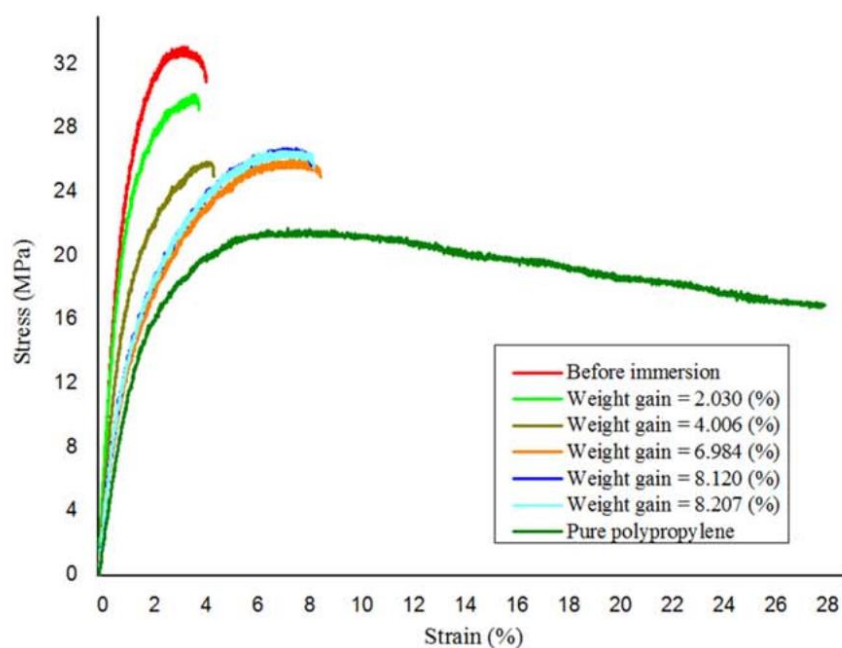


Fig. I.11 : Influence de la teneur en eau sur le comportement mécanique d'un composite à fibres courtes de chanvre et à matrice polypropylène : composite sans vieillissement hydrique (en rouge), polypropylène pur sans vieillissement hydrique (en vert) et composite avec différentes teneurs en eau (Toubal et al., 2016).

Les travaux de Shahzad (Shahzad, 2012b) ont concerné l'influence du vieillissement hydrique sur un composite non-tissé chanvre/polyester ayant subi un vieillissement en eau de cinq mois. Les résultats ont montré que les éprouvettes vieilles possèdent une rigidité fortement diminuée, une contrainte à rupture réduite de 30% et une déformation à rupture doublée par rapport à une éprouvette non vieillie (Fig. I.12).

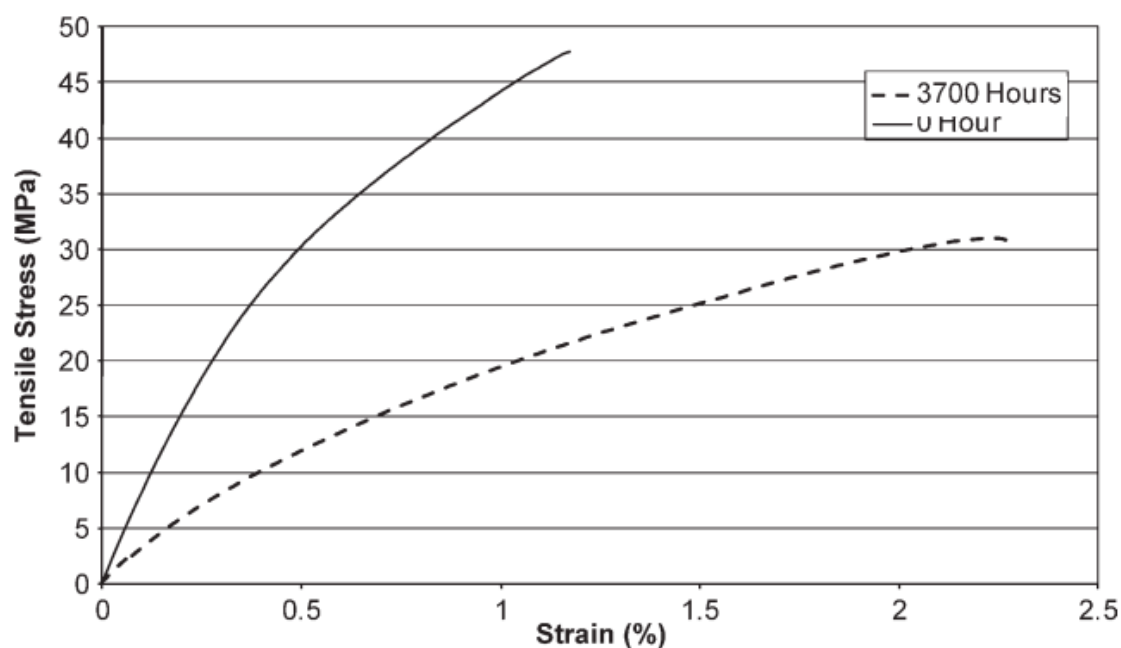


Fig. I.12 : Courbes de traction d'un composite chanvre/polyester pour une éprouvette non vieillie (trait plein) et pour une éprouvette après 3700 heures d'immersion dans l'eau (trait pointillé) (Shahzad, 2012b).

Dans l'étude d'Ahmad et al. (Ahmad et al., 2018), il s'agit d'un composite à renfort tissé de chanvre qui est immergé dans l'eau. Les essais de traction sont réalisés après 0, 6, 24, 100, 400 et 1400 heures d'immersion dans l'eau (Fig. I.13). Pour ce composite, la contrainte à rupture diminue proportionnellement au temps d'immersion, avec un abattement de 40% après deux mois d'immersion. La rigidité est quasi constante pour les 24 premières heures d'immersion, mais divisée par deux après 100 heures de vieillissement.

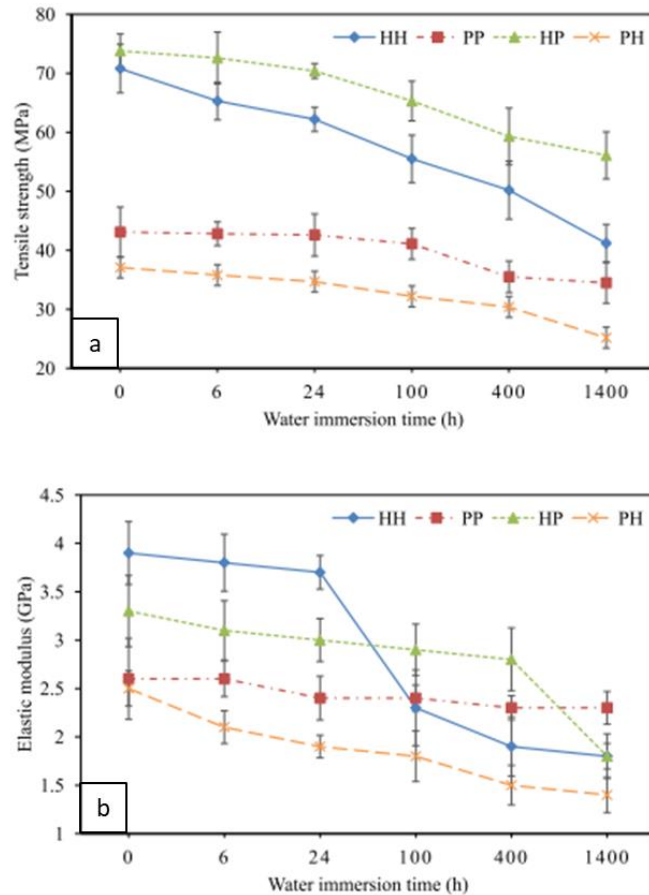


Fig. I.13 : Influence de la durée du vieillissement hydrique sur a) la résistance à la traction et sur b) la rigidité en traction d'un composite tissé chanvre/époxy (HH), PET/époxy (PP) et à tissage hybride PET-chanvre/époxy (HP et PH) (Ahmad et al., 2018).

La figure I.13 montre que l'influence du vieillissement hydrique sur le comportement en traction est plus importante pour le composite chanvre/époxy que pour le composite PET/époxy, pour lequel la résistance à la traction et la rigidité restent inchangées après 24h d'immersion et baissent de 10% après deux mois. Cependant, on notera que la contrainte maximale est plus élevée pour un composite chanvre/époxy que pour un PET/époxy pour toutes les durées de vieillissement ; quant à la rigidité, elle est supérieure ou égale jusqu'à 400 heures d'immersion pour l'éco-composite.

Une autre étude réalisée sur un composite tissé chanvre/vinylester après un vieillissement hydrique de 2688 heures (Mison et al., 2018) a également montré un abaissement de la contrainte maximale, une augmentation de la déformation à rupture et une diminution de la rigidité.

Le vieillissement hydrique modifiant le comportement en traction, il est nécessaire d'étudier également son influence sur le comportement en fatigue.

I.3. Comportement en fatigue

Les mécanismes d'endommagement liés à la fatigue sont responsables de la plupart des défaillances de structures sollicitées par des chargements répétés pourtant inférieurs à la contrainte à rupture du matériau. Ces défaillances sont dues à l'accumulation d'endommagement interne au cours du temps et mènent souvent à des catastrophes. L'analyse du comportement en fatigue et l'étude de la durée de vie sont donc essentielles à la caractérisation mécanique des composites chanvre/époxy.

I.3.1. Conditions expérimentales

Les essais de fatigue sont définis par plusieurs paramètres :

- la fréquence f ,
- la forme des cycles appliqués (en triangle, sinusoïdale...),
- la charge maximale σ_{max} ,
- la charge minimale σ_{min} .

Le rapport de charge, noté R , est défini par l'équation (Eq. I.6 Eq. I.6) :

$$R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}} \quad \text{Eq. I.6}$$

Ce facteur R donne des informations sur le type de chargement (Fig. I.14):

- $R > 1$ pour un chargement de compression pure,
- $0 < R < 1$ pour un chargement de traction pure,
- $R < 0$ pour un chargement de traction-compression.

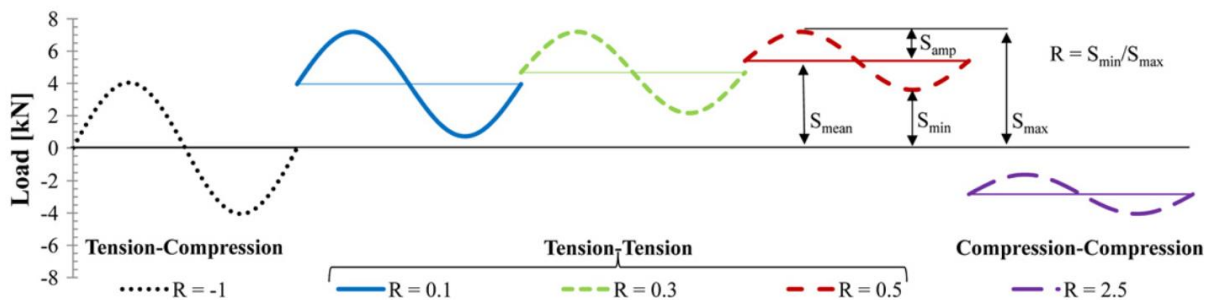


Fig. I.14 : Schématisation des essais de fatigue sinusoïdaux en fonction du rapport de charge R (Shah, 2013).

La durée de vie en fatigue est souvent représentée par une courbe S-N, aussi appelée courbe de Wöhler. Ce type de courbe représente la contrainte maximale appliquée en fonction du nombre de cycles à rupture. L'échelle du nombre de cycles à rupture est souvent logarithmique afin d'obtenir une courbe similaire à la figure I.15.

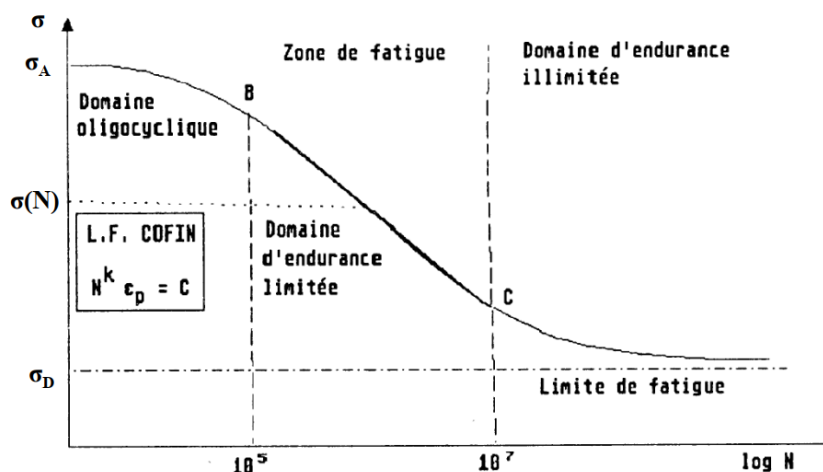


Fig. I.15 : Exemple classique de courbe de Wöhler (Karaoumi, 2001).

Trois domaines sont identifiables sur une courbe de Wöhler classique :

- Le domaine oligocyclique, dans lequel chaque cycle induit un endommagement du matériau.
- Le domaine d'endurance limitée, dans lequel on peut prévoir une durée de vie du matériau pour une contrainte donnée.
- Le domaine de grande durée de vie, dans lequel le matériau ne subit que de faibles endommagements à chaque cycle. Il est alors possible, pour certains matériaux, de tracer une asymptote horizontale et de définir une limite de fatigue (Fig. I.15).

Ces courbes de fatigue permettent une bonne comparaison des durées de vie entre matériaux d'une part et entre conditions d'essai d'un même matériau d'autre part.

Il est important de rappeler que ce type d'essai mécanique engendre une dispersion de la durée de vie au vu de la différence entre deux éprouvettes d'un même matériau. En effet les défauts présents dans deux éprouvettes ne sont pas identiques. En ajoutant à cette dispersion due au matériau les conditions d'essai qui ne peuvent jamais être parfaitement identiques, les essais de fatigue n'autorisent donc qu'une approche probabiliste de la durée de vie.

I.3.2. Paramètres influençant la durée de vie

De nombreux paramètres peuvent modifier la durée de vie des éco-composites. Peu d'études ont été publiées sur le comportement en fatigue des composites à renfort de chanvre ; les exemples présentés ci-dessous ont donc été élargis aux composites à fibres de lin ou de jute.

Un des paramètres qui a une influence directe sur la durée de vie est le rapport de charge R . Shah et al. l'ont démontré pour des composites à fibres longues de chanvre et résine polyester (Shah et al., 2013). Shahzad et Isaac l'ont également montré pour des composites à renfort de mat de chanvre et à résine polyester (Shahzad and Isaac, 2014). La figure I.16 présente par exemple les résultats obtenus par ces derniers. La durée de vie en fatigue est réduite d'une décade pour les faibles contraintes en passant d'un rapport de charge $R = 0,1$ à un rapport de charge $R = -1$.

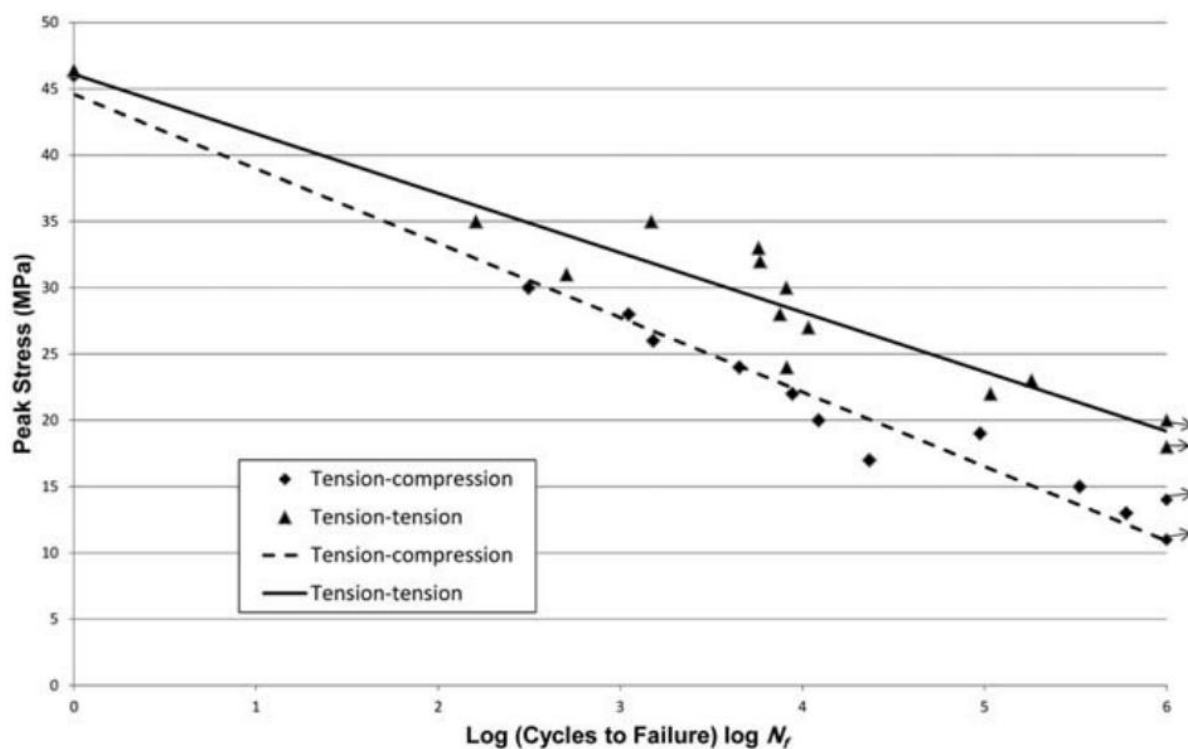


Fig. I.16 : Influence du rapport de charge sur la durée de vie en fatigue pour un composite mat de chanvre/polyester : $R = 0,1$ en trait plein, et $R = -1$ en pointillés (Shahzad and Isaac, 2014).

Cela s'explique par la grande sensibilité des composites aux chargements en compression et par le fait que, pour des chargements de faibles amplitudes, les contraintes et déformations évoluent moins au cours du cycle, ce qui se traduit par une cinétique d'endommagement plus lente et donc un plus grand nombre de cycles à rupture. En traction-traction, le nombre de cycles à

rupture augmente avec les valeurs de R (Caprino and D'Amore, 1998; Epaarachchi and Clausen, 2003; Shah et al., 2013).

Le taux volumique de fibres (V_f) est un paramètre qui peut modifier la durée de vie en fatigue de deux manières différentes. Dans le cas d'un essai de traction quasistatique, plus le V_f est important, plus la rigidité et la contrainte à rupture sont élevées, car c'est le renfort qui possède les meilleures propriétés mécaniques. Dans le cas d'un chargement cyclique, lorsque V_f augmente, il y a compétition entre deux phénomènes : la bonne reprise des efforts par le renfort d'une part, et un affaiblissement dû au grand nombre d'interfaces fibre/matrice d'autre part, car ce sont les points faibles en fatigue, d'autant plus dans les composites à renfort végétal (Gassan, 2002; Shah et al., 2013).

Dans le cas par exemple de composites unidirectionnels de jute/polyester avec des taux volumiques de fibres compris entre 17 et 38%, Shah et al. ont montré que la tenue en fatigue augmente avec l'augmentation de V_f (Fig. I.17).

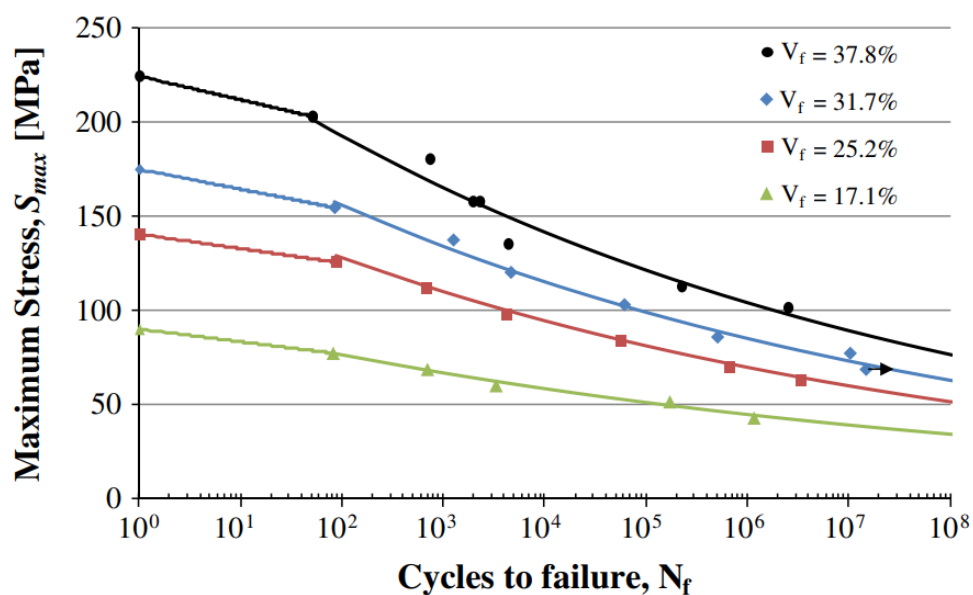


Fig. I.17 : Influence du taux volumique de fibres sur la durée de vie en fatigue de composites unidirectionnels jute/polyester (Shah et al., 2013).

Cependant, ils soulignent que pour une valeur de V_f supérieure à 40 %, la résistance à la fatigue diminue en raison du trop grand nombre de zones interfaciales fibre/matrice, qui sont, par nature, des zones de concentration de contrainte.

La fréquence est également un paramètre à fixer si l'on veut comparer différents essais de fatigue. Pour cela, plusieurs facteurs sont à prendre en compte. Tout d'abord, plus la fréquence est élevée, plus les essais de fatigue sont courts, donc plus il est aisé de faire un grand nombre d'essais. Cependant la durée de vie est également augmentée avec l'augmentation de la fréquence, tant que l'élévation de température de l'éprouvette est négligeable. En effet, dans certains cas, l'éprouvette peut subir un auto-échauffement pouvant mener à la ruine du composite, à cause notamment des frottements entre les fibres de renfort et la matrice (Epaarachchi and Clausen, 2003). Cet auto-échauffement peut par exemple dépasser les 30°C dans le cadre d'essais de fatigue sur un composite unidirectionnel lin/époxy à 5 Hz (El Sawi et al., 2014). Cette valeur de 5 Hz semble donc être une valeur limite.

L'architecture du renfort peut également influencer la durée de vie en fatigue. Bensadoun et al. (Bensadoun et al., 2016) ont montré, pour des composites lin/époxy, qu'un composite à renfort mat a une durée de vie en fatigue plus faible qu'un composite à renfort tissé, qui lui-même a une durée de vie plus faible qu'un renfort unidirectionnel (UD), pour une contrainte maximale appliquée donnée (Fig. I.18).

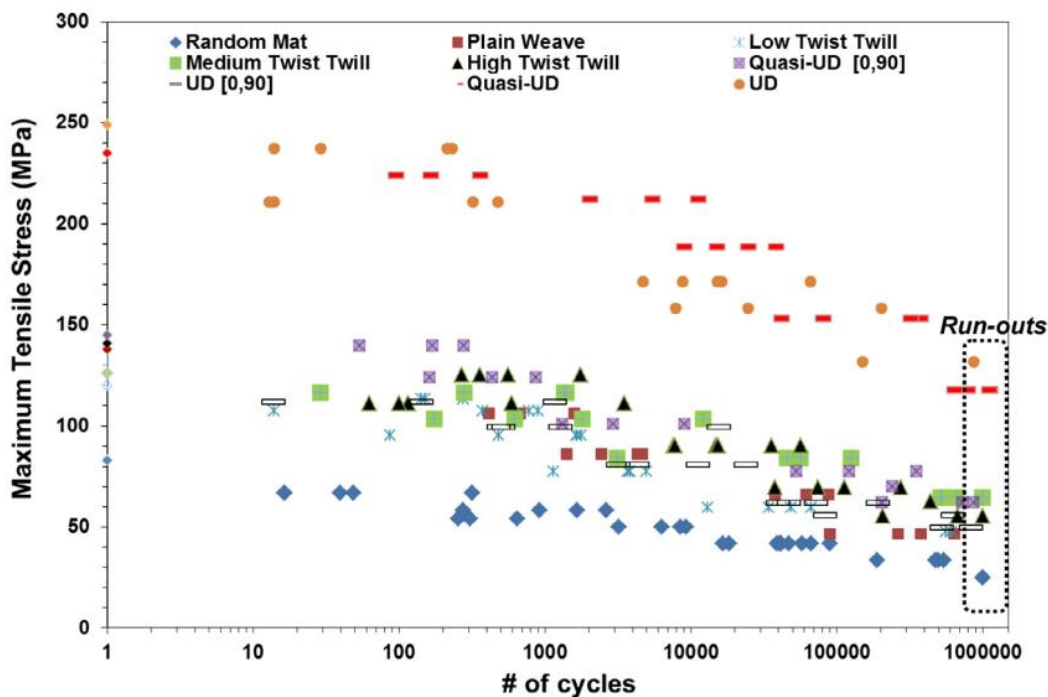


Fig. I.18 : Courbes de Wöhler pour des composites lin/époxy à $R = 0,1$ pour différentes architectures de renfort : toile (carré rouge), feutre (losange bleu) et unidirectionnel (rond orange) (Bensadoun et al., 2016).

I.3.3. Comparaison avec les composites à fibres de verre

La comparaison entre les composites à renfort naturel et les composites à renfort de verre peut se faire de deux manières, avec des courbes de Wöhler classiques ou avec des courbes normées. L'intérêt des courbes de Wöhler normées est de pouvoir déterminer la sensibilité à la fatigue d'un composite indépendamment de son comportement en traction (Shahzad and Isaac, 2014; Towo and Ansell, 2008a).

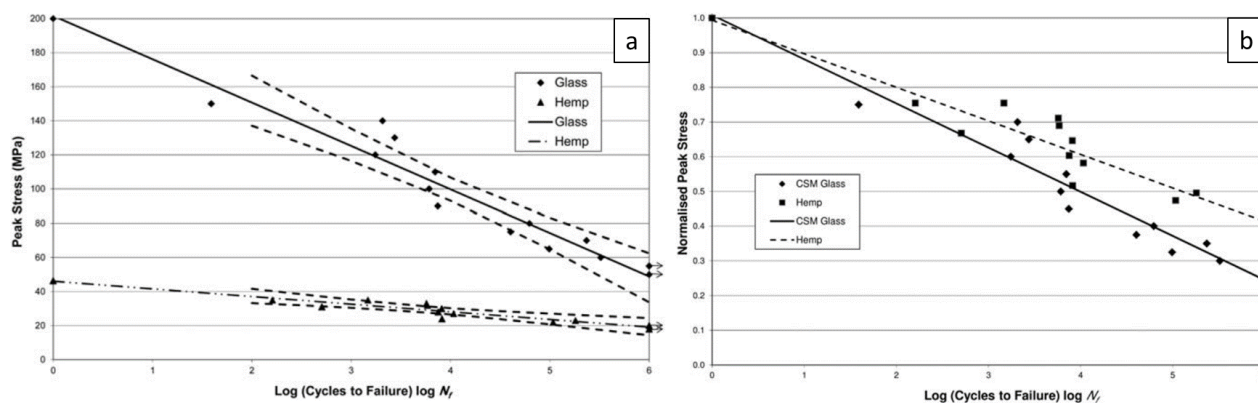


Fig. I.19 : Comparaison des courbes de Wöhler pour un composite feutre de chanvre/polyester (pointillé) et un composite feutre de verre/polyester (trait plein) : a) en grandeurs absolues b) en valeurs normées (Shahzad and Isaac, 2014).

La figure I.19.a présente la courbe de Wöhler en grandeurs absolues pour deux composites à renfort mat, l'un de chanvre et l'autre de verre, avec une même matrice polyester (Shahzad and Isaac, 2014). Cette comparaison montre que la résistance à la fatigue est meilleure pour le composite à renfort de verre, bien que l'écart de durée de vie entre les deux composites s'amenuise pour les faibles niveaux de contrainte. En normant les courbes de Wöhler par rapport à la contrainte à rupture en quasistatique (Fig. I.19.b), on peut voir que le composite à renfort de chanvre est moins sensible à la fatigue que le composite à renfort de verre. En effet, si on se place par exemple à une contrainte maximale de fatigue égale à 60% de la contrainte à rupture, le composite à fibres de verre a une durée de vie de 2000 cycles contre plus de 10000 cycles pour le composite à fibres de chanvre.

Cette plus faible sensibilité à la fatigue pour les composites à feutre végétal par rapport à ceux à renfort de verre se retrouve également pour des composites tissés. Par exemple, Bensadoun et al. ont montré qu'un composite tissé lin/époxy est moins sensible à la fatigue qu'un composite tissé verre/époxy, comme le montre la figure I.20 (Bensadoun et al., 2016).

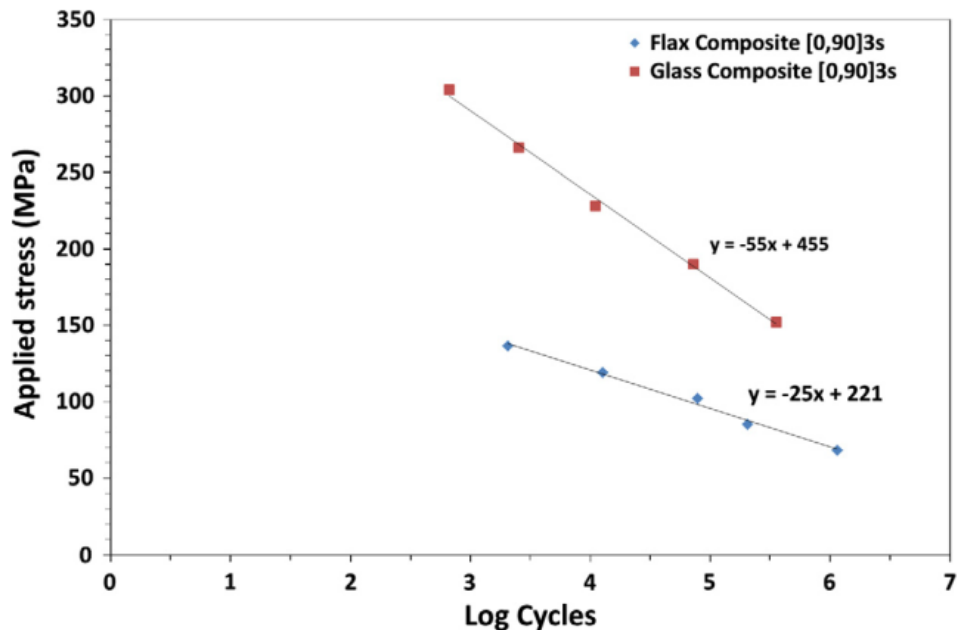


Fig. I.20 : Comparaison des courbes de Wöhler pour un composite tissé lin/époxy (losange bleu) et pour un composite tissé verre/époxy (carré rouge) (Bensadoun et al., 2016).

En effet, on peut voir sur la figure I.20 que le coefficient directeur de la droite semi-logarithmique, directement lié à la sensibilité, est plus de deux fois moindre pour le composite à renfort de lin que pour le composite à renfort de verre, ce qui témoigne de la plus faible sensibilité à la fatigue des composites à renfort tissé de lin par rapport à ceux à renfort tissé de verre.

I.3.4. Influence du vieillissement hydrique

Peu d'études traitent de l'influence du vieillissement hydrique sur le comportement en fatigue d'éco-composites à fibres continues. Sodoke et al. ont étudié un composite lin/époxy fabriqué par thermo-compression à partir d'UD pré-impregnés suivant la séquence d'empilement $[0_2/90_2/\pm 45]_s$ (Sodoke et al., 2016). Ils ont réalisé des essais de fatigue à 5Hz, sans vieillissement et après un vieillissement hydrique à 60°C pendant 72h. Les niveaux de contrainte appliqués sont fixés à 40, 50, 60, 70 et 80% de la contrainte à rupture en traction (Fig. I.21).

Le composite tissé lin/époxy montre une forte sensibilité au vieillissement hydrique avec un abaissement de la durée de vie pour une contrainte maximale appliquée donnée et une limite de fatigue (plus de 2 millions de cycles) qui passe de 55 à 35% de la contrainte à rupture en traction (Fig. I.21).

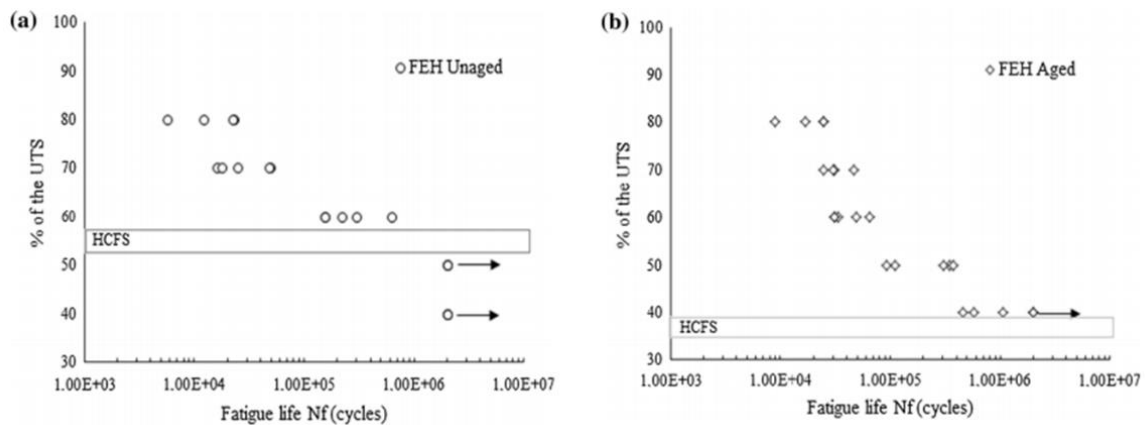


Fig. I.21 : Courbes de Wöhler d'un composite lin/époxy a) sans vieillissement hydrique et b) après immersion dans l'eau pendant 72h à 60°C (Sodoke et al., 2016).

Deux autres études traitent de l'influence du vieillissement hydrique sur le comportement en fatigue d'un composite lin/époxy, avec 10 plis UD, fabriqué par thermocompression (Berges et al., 2016; Jeannin et al., 2019).

Dans l'étude de Jeannin et al., après un vieillissement hydrique de 26 jours dans l'eau à 70°C, les échantillons sont testés en fatigue en immersion dans l'eau (Jeannin et al., 2019). Les résultats montrent que les durées de vie sont plus faibles pour le composite vieilli que pour le composite non vieilli, mais la différence diminue pour de faibles niveaux de contrainte. La droite semi-logarithmique possède un coefficient directeur plus faible après vieillissement ; la sensibilité à la fatigue semble donc diminuer après vieillissement par rapport à un état non vieilli (Fig. I.22).

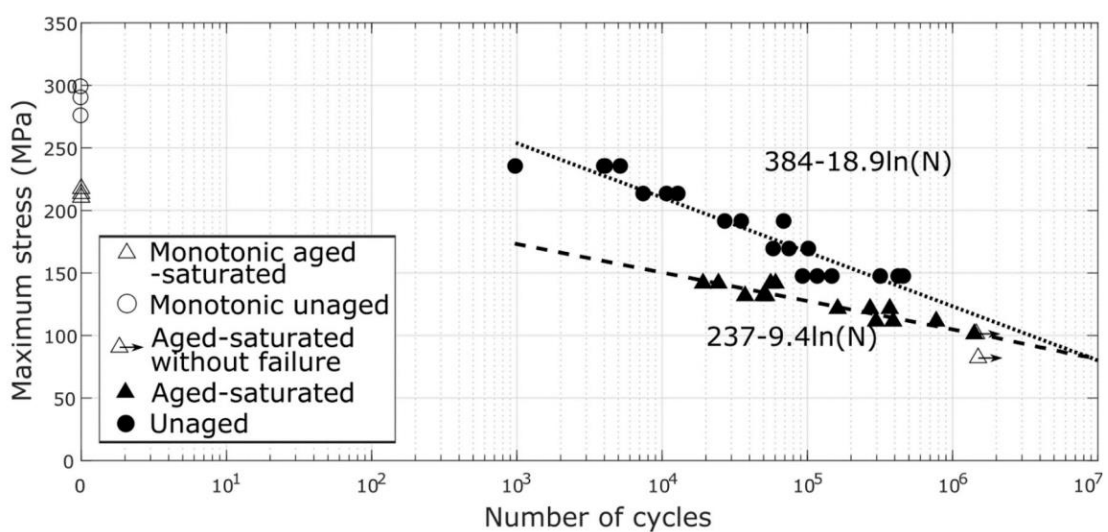


Fig. I.22 : Courbes de Wöhler pour un composite UD lin/époxy avec et sans vieillissement hydrique à 70°C pendant 26 jours (Jeannin et al., 2019).

Dans l'étude de Berges et al., le même composite lin/époxy a été vieilli en chambre climatique à 70°C et RH85 pendant 15 jours (Berges et al., 2016). Les essais de fatigue sur les éprouvettes vieilles ont été effectués en emballant les échantillons dans un film plastique. Les résultats montrent un abaissement de la durée de vie pour les fortes contraintes après vieillissement (Fig. I.23). Cependant, pour des niveaux de contraintes maximales en-dessous de 60% de la contrainte à rupture, l'état vieilli possède une meilleure durée de vie en fatigue. Ces résultats montrent à nouveau une plus faible sensibilité à la fatigue des éprouvettes après vieillissement hydrique.

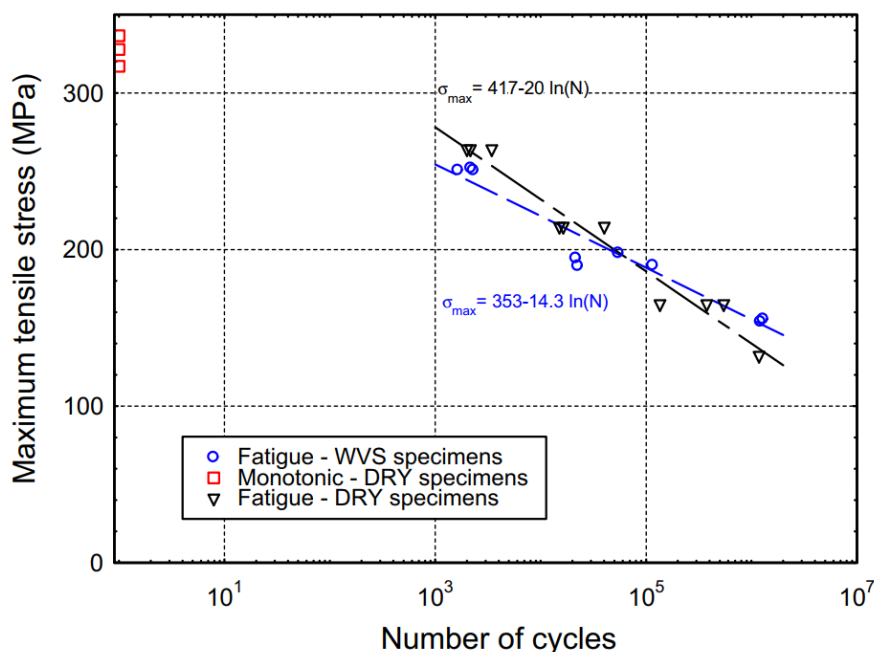


Fig. I.23 : Influence du vieillissement hydrique sur la durée de vie en fatigue, sans vieillissement (triangles noirs) ou après 15 jours à 70°C et RH85 (ronds bleus) (Berges et al., 2016).

Cependant, à notre connaissance, aucune étude ne traite de l'influence du vieillissement hydrique sur le comportement en fatigue de composites à renforts continus de chanvre, ni de l'influence du séchage après vieillissement hydrique sur la fatigue. Cela fera donc l'objet des travaux réalisés dans cette thèse.

I.3.5. Modèles de fatigue

La modélisation du comportement et de la durée de vie en fatigue des composites à renfort tissé a été le sujet de nombreuses publications ces 30 dernières années. Les modèles ont pour objectif de simuler l'accumulation d'endommagement et la durée de vie en fatigue de composites ayant différents types de renfort, d'orientations, de natures de fibre et de matrice (Degrieck and Van Paepegem, 2001)

Il existe plusieurs types de modèles de fatigue. La première famille de modèles de fatigue est basée sur l'accumulation d'endommagement et prévoit l'apparition et la croissance des endommagements dans le matériau, par exemple par éléments finis, via une distribution locale de l'endommagement (Van Paepegem et al., 2001). Quant à Bergmann et Prinz, ils modélisent l'endommagement d'un composite carbone/époxy par la croissance de l'aire de délaminage (Bergmann and Prinz, 1989).

D'autres modèles ne détaillent pas la cause du phénomène de fatigue, qui est l'accumulation d'endommagement, mais les conséquences mesurables au cours d'un essai de fatigue, c'est-à-dire les propriétés mécaniques résiduelles après N cycles. La rigidité résiduelle peut être mesurée à chaque cycle et une variable d'endommagement proportionnelle à la perte de rigidité peut être définie. Le modèle de Withworth par exemple modélise la variation de rigidité au cours d'un essai de fatigue pour une sollicitation de fatigue constante (Whitworth, 1987), sans prédire la rupture. Cette rupture peut être déterminée par un seuil de rigidité résiduelle (Hwang and Han, 1986).

Pour améliorer la précision des modèles de fatigue, la prise en compte d'une méthode non destructive de quantification de l'endommagement, en plus de la perte de rigidité, peut être envisagée. Le couplage de la perte de rigidité avec l'émission acoustique a été proposé par Philippidis (Philippidis and Assimakopoulou, 2008a, 2008b) et le couplage entre perte de rigidité et thermographie infrarouge par Huang et al. (Huang et al., 2019).

Une autre catégorie de modèles repose sur une approche phénoménologique globale. Ce type de modélisation se base sur les courbes de Wöhler pour déterminer directement le nombre de cycles à rupture. Nous allons nous intéresser ici au modèle d'Epaarachchi et Clausen (Epaarachchi and Clausen, 2003). Ce modèle phénoménologique à deux paramètres a été initialement créé pour des composites renforcés de fibres de verre et à matrice thermodure, et est largement utilisé dans la littérature pour des composites tissés à renfort de verre (Colombo and Vergani, 2011; Malpot et

al., 2016; Satapathy et al., 2013) mais également pour des composites tissés à renfort végétal de chanvre (de Vasconcellos et al., 2014) ou de jute (Alia et al., 2019).

Le modèle d'Epaarachchi et Clausen est basé sur le modèle publié par D'Amore et al. (D'Amore et al., 1996), permettant de décrire la résistance résiduelle au cycle N qui suit une diminution pouvant être modélisée par une loi puissance (Eq. I.7) :

$$\frac{d\sigma_r(N)}{dN} = -C_1 N^{-m_1} \quad \text{Eq. I.7}$$

avec $\sigma_r(N)$ la contrainte résiduelle du matériau au cycle N , m_1 et C_1 des constantes matériaux positives. Initialement développé pour un composite à fibre de verre et à matrice thermosure, ce modèle a été décliné pour un verre/polypropylène en fatigue par flexion (Caprino and D'Amore, 1998) puis en fatigue par compression (Caprino and Giorleo, 1999).

Ce modèle prévoit que la rupture de l'éprouvette survient lorsque la résistance résiduelle de l'éprouvette est inférieure ou égale à la contrainte maximale appliquée, ce qui permet de déterminer un nombre de cycles à rupture noté N_f . Le nombre de cycles à rupture est donc défini comme le nombre de cycles nécessaire pour faire passer la contrainte résiduelle sous la contrainte maximale (Eq. I.8) :

$$N_f = \left[1 + \left(\frac{\sigma_{0,\theta}}{\sigma_{max}} - 1 \right) \frac{f^\beta}{\alpha(1-R)^{\lambda-R|\sin\theta|}} \left(\frac{\sigma_{0,\theta}}{\sigma_{max}} \right)^{\lambda-1-R|\sin\theta|} \right]^{\frac{1}{\beta}} \quad \text{Eq. I.8}$$

avec :

- θ l'orientation des fibres les plus proches de la direction de chargement,
- $\sigma_{0,\theta}$ la contrainte à rupture en traction du composite,
- σ_{max} la contrainte maximale de fatigue appliquée,
- f la fréquence de l'essai de fatigue,
- R le rapport de charge de l'essai de fatigue,
- α et β les paramètres liés au composite étudié,
- λ un paramètre fixé à 1,6 par (Epaarachchi and Clausen, 2003).

Ce modèle permet donc une prise en compte du rapport de charge, de la fréquence et de l'orientation du drapage dans le calcul de la durée de vie. Les paramètres α et β du modèle doivent

être déterminés expérimentalement pour chaque composite. L'identification de ces paramètres passe par l'écriture de l'équation I.8 sous la forme suivante (Eq. I.9) :

$$\alpha(N_f^\beta - 1) = \left(\frac{\sigma_{0,\theta}}{\sigma_{max}} - 1\right) \frac{f^\beta}{(1-R)^{1.6-R|\sin\theta|}} \left(\frac{\sigma_{0,\theta}}{\sigma_{max}}\right)^{0.6-R|\sin\theta|} \quad \text{Eq. I.9}$$

La valeur de β est calculée afin que $\left(\frac{\sigma_{0,\theta}}{\sigma_{max}} - 1\right) \frac{f^\beta}{(1-R)^{1.6-R|\sin\theta|}} \left(\frac{\sigma_{0,\theta}}{\sigma_{max}}\right)^{0.6-R|\sin\theta|}$ en fonction de $(N_f^\beta - 1)$ soit une droite passant par l'origine, dont la pente est le paramètre α .

Ce modèle a été initialement testé sur des composites verre/époxy (Epaarachchi and Clausen, 2003) avec prise en compte de l'influence du rapport de charge et de la fréquence (Fig. I.24).

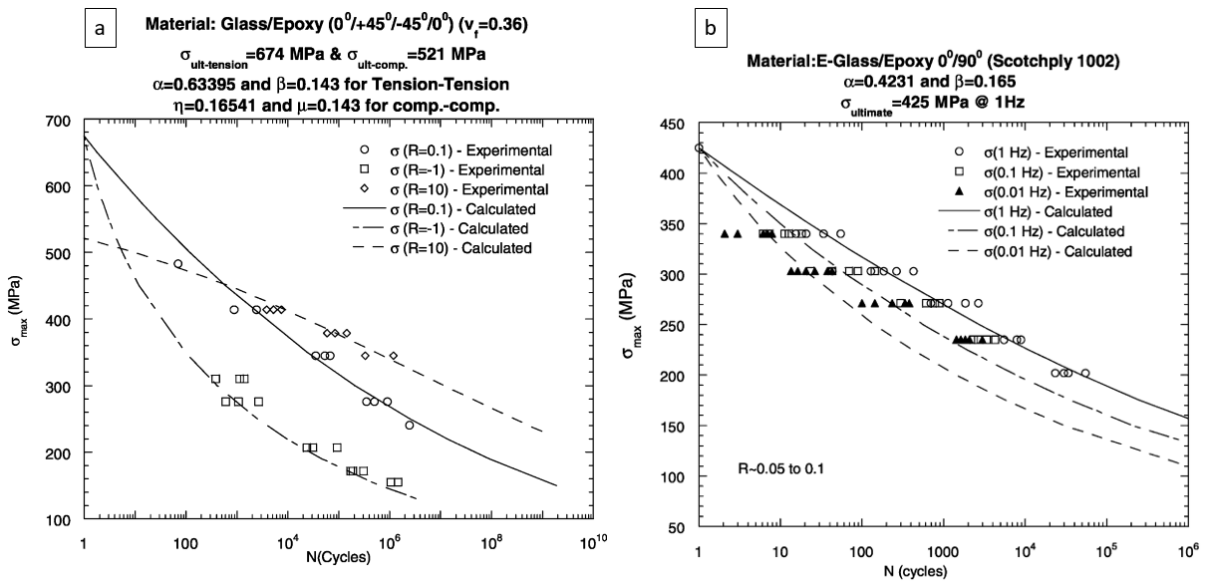


Fig. I.24 : Application du modèle d'Epaarachchi et Clausen sur des composites verre/époxy avec influence a) du rapport de charge et b) de la fréquence (Epaarachchi and Clausen, 2003).

La figure I.24 montre que ce modèle permet, pour un matériau donné, avec un jeu de deux paramètres seulement, de décrire le comportement en fatigue pour différents rapports de charge et différentes fréquences. Les fréquences testées restent faibles car ce modèle a pour hypothèse de s'appliquer à des matériaux dont la température reste constante.

I.4. Analyse de l'endommagement

La compréhension du comportement mécanique des composites nécessite le suivi et l'analyse des endommagements. Pour les éco-composites, différentes techniques peuvent être utilisées, comme par exemple, la microscopie optique et électronique à balayage (MEB), l'émission acoustique (EA) ou encore la tomographie par rayons X.

I.4.1. Microscopie

Après un essai mécanique, l'analyse de l'endommagement peut se faire à l'œil ou au microscope optique (Bensadoun et al., 2016; Liang et al., 2014; Shah et al., 2013; Towo and Ansell, 2008a, 2008b). Ces observations permettent de voir la présence éventuelle de délaminages, ou l'apparition d'endommagement matriciel par le blanchiment de la surface. Cette première approche peut déjà permettre de distinguer différents mécanismes d'endommagement, comme par exemple après un essai de fatigue sur un composite jute/polyester (Fig. I.25) (Shah et al., 2013).

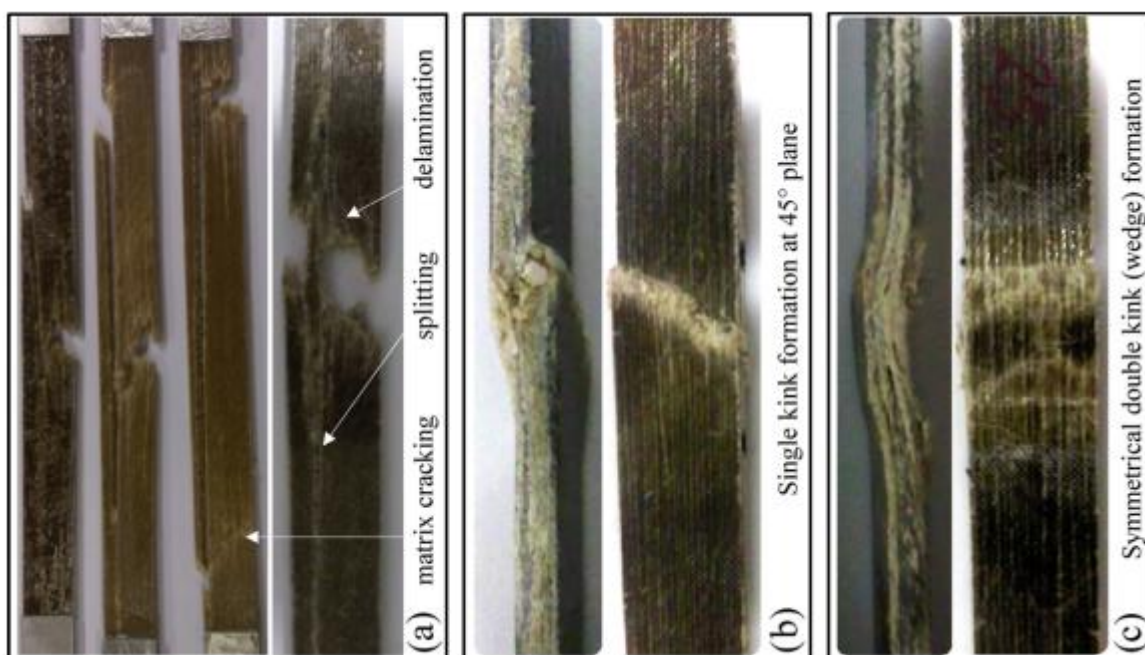


Fig. I.25 : Observations de différentes éprouvettes rompues après un essai de fatigue en a) traction-traction, b) traction-compression et c) compression-compression (Shah et al., 2013).

La microscopie optique permet d'avoir une visualisation simple des éprouvettes à faible grossissement, mais elle nécessite un polissage de bonne qualité au vu de la faible profondeur de champ qu'elle autorise.

La microscopie électronique à balayage permet, après métallisation, de forts grossissements tout en maintenant une profondeur de champ acceptable pour l'analyse d'éprouvettes post-mortem. La figure I.26 présente par exemple le faciès de rupture d'un composite stratifié lin/époxy après un essai de fatigue (Liang et al., 2014).

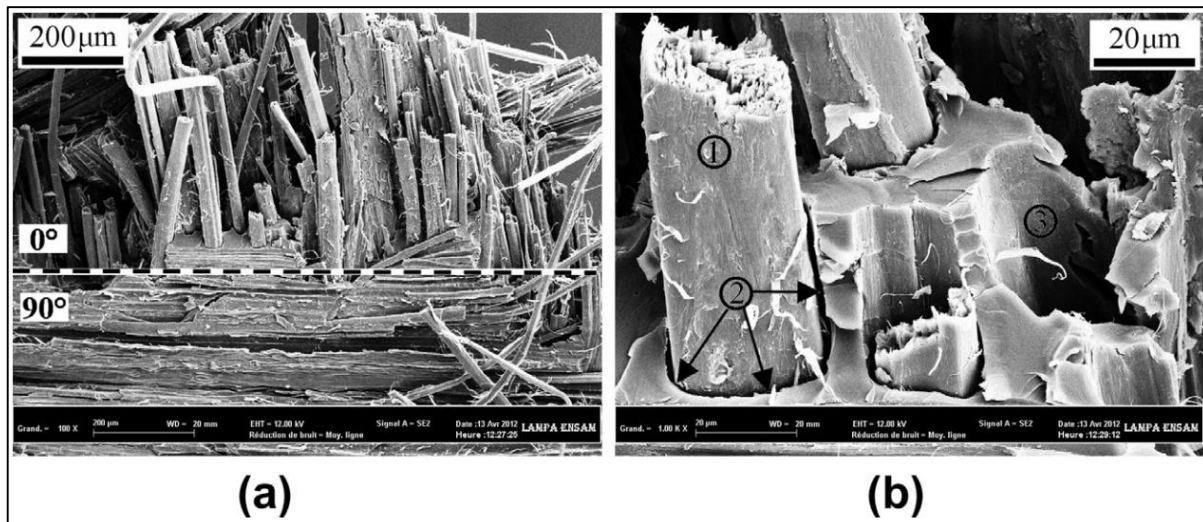


Fig. I.26 : Images MEB du faciès de rupture d'un composite stratifié lin/époxy : a) empreinte d'un fil à 90° de la direction de sollicitation, b) observation à fort grossissement : 1) d'une fibre à nue, 2) de la décobésion fibre/matrice et 3) de l'empreinte d'une fibre arrachée (Liang et al., 2014).

Des observations par MEB de la section d'un composite tissé lin/époxy lors d'essais de fatigue interrompus ont également été réalisées par El Sawi et al. (Fig. I.27) (El Sawi et al., 2014).

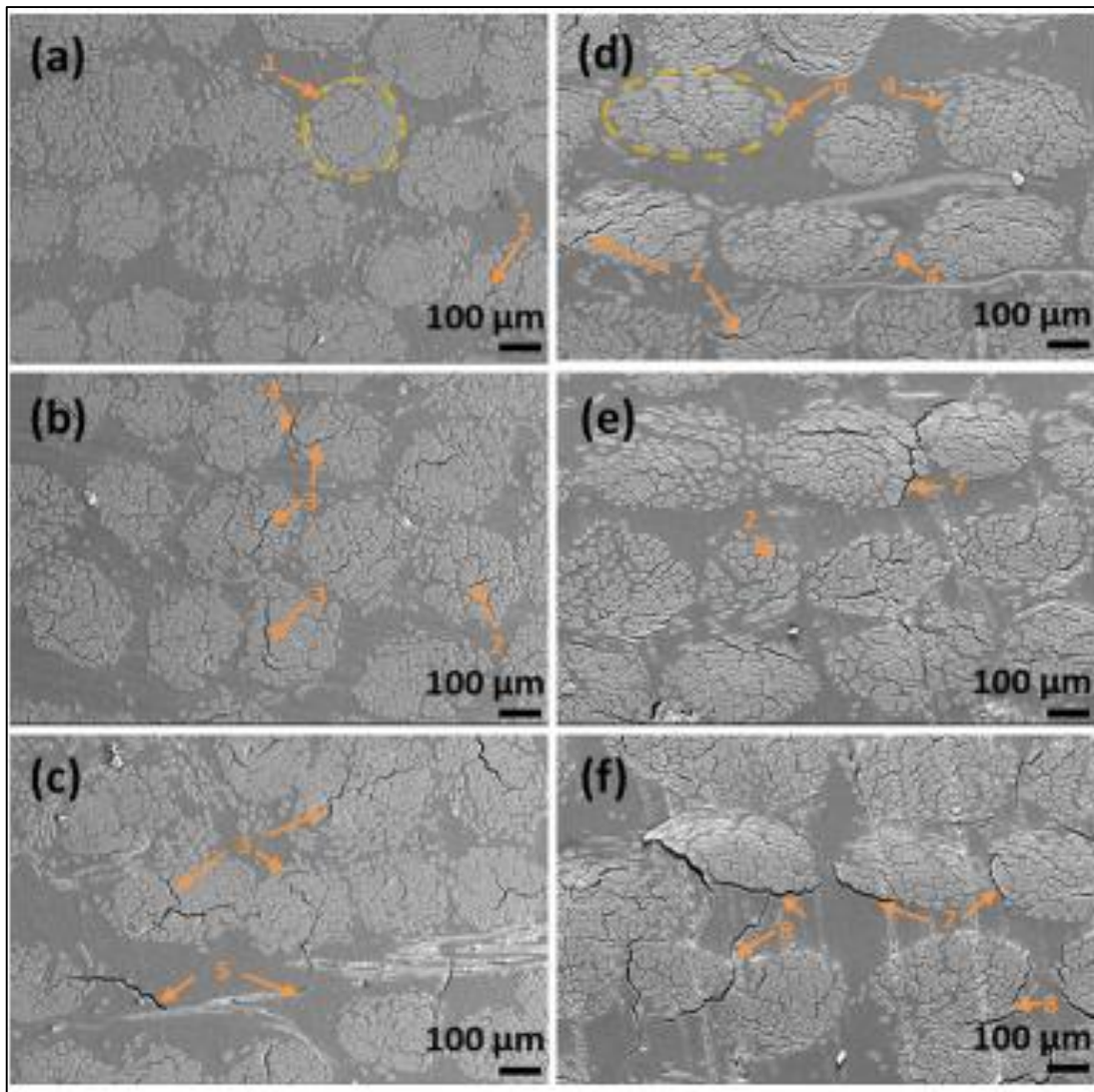


Fig. I.27 : Images MEB de la section d'une éprouvette lin/époxy à différents stades d'un essai de fatigue à 70% de la contrainte à rupture. Pour un composite $[0]_{16}$: a) à $1/3$ de N_f , b) à $2/3$ de N_f et c) après rupture et pour un composite $[\pm 45]_{4s}$: d) à $1/3$ de N_f , e) à $2/3$ de N_f et f) après rupture (El Savi et al., 2014).

I.4.2. Suivi in situ par émission acoustique

L'émission acoustique (EA) est une méthode de suivi de l'endommagement largement développée dans le domaine des composites. Cette méthode est non-destructive et permet un suivi in situ de l'endommagement, permettant d'obtenir des informations sur la cinétique, la quantité et la localisation de l'endommagement (Ben Ameer et al., 2019; de Vasconcellos et al., 2014; El Mahi et al., 2019; Godin et al., 2018a; Haggui et al., 2019; Jani et al., 2019a).

I.4.2.1. Principe de détection de l'émission acoustique

Lors d'un essai mécanique, le matériau composite peut subir de l'endommagement. Cet endommagement émet des ondes sonores élastiques transitoires qui peuvent être enregistrées par des capteurs piézoélectriques fixés sur le matériau (Godin et al., 2018a). Le signal analogique (Fig. I.28) est amplifié par des préamplificateurs avant d'être échantillonné par une carte d'émission acoustique, permettant le traitement numérique du signal. L'allure et les caractéristiques de l'onde sonore (hit) émise sont directement liées au type d'endommagement ayant eu lieu localement.

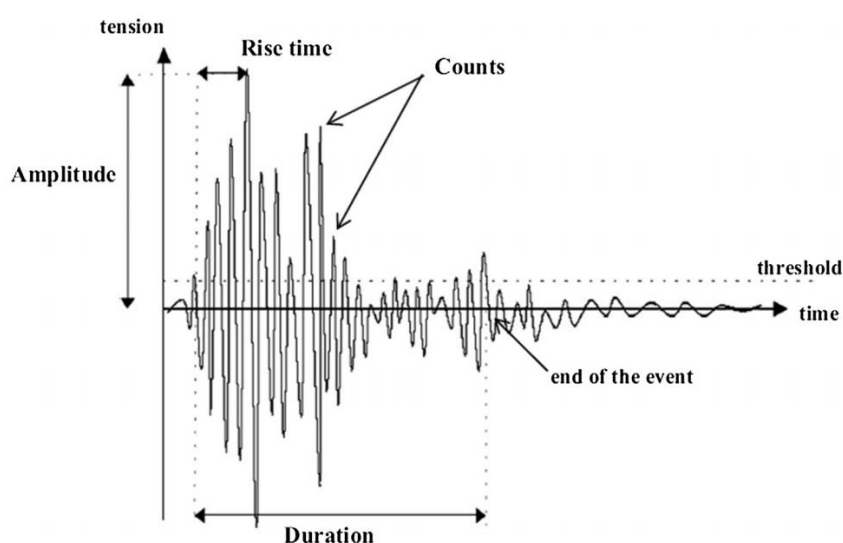


Fig. I.28 : Caractéristiques d'un signal d'émission acoustique (Haggi et al., 2019).

Le signal acoustique résultant d'un endommagement local possède de multiples caractéristiques physiques liées au seuil en amplitude choisi :

- Temps de montée : durée entre le premier dépassement du seuil et le moment où l'amplitude est maximale (μs),
- Durée : durée de la salve entre le premier et dernier dépassement du seuil (μs).

Les caractéristiques physiques pertinentes dans l'étude de l'endommagement d'un composite dépendent du matériau lui-même (Li et al., 2014; Li et al., 2016). Pour un composite à renfort d'origine végétale, les cinq grandeurs physiques ou descripteurs à prendre en compte sont (El Mahi et al., 2019) :

- amplitude maximale
- temps de montée
- durée
- nombre de coups
- énergie absolue

I.4.2.2. Exemples d'applications

L'enregistrement par EA permet de localiser un endommagement, de connaître l'instant t de son apparition et donc la contrainte à laquelle il apparaît. La localisation de l'endommagement est autorisée par la corrélation de deux hits entre eux, chacun détecté par un capteur d'EA à des instants compatibles avec la distance séparant les capteurs et avec la vitesse de propagation des ondes sonores dans l'éprouvette, formant ainsi ce que l'on nomme un événement (event). Cette localisation spatiale de l'EA permet de ne prendre en compte que les événements qui se produisent dans la zone utile de l'éprouvette.

Les travaux de Davi de Vasconcellos (de Vasconcellos et al., 2014) se sont basés sur l'EA pour déterminer à quel moment d'un cycle de fatigue se développait l'endommagement, pour différents niveaux de contrainte et pour deux orientations d'un composite tissé chanvre/époxy (Fig. I.29).

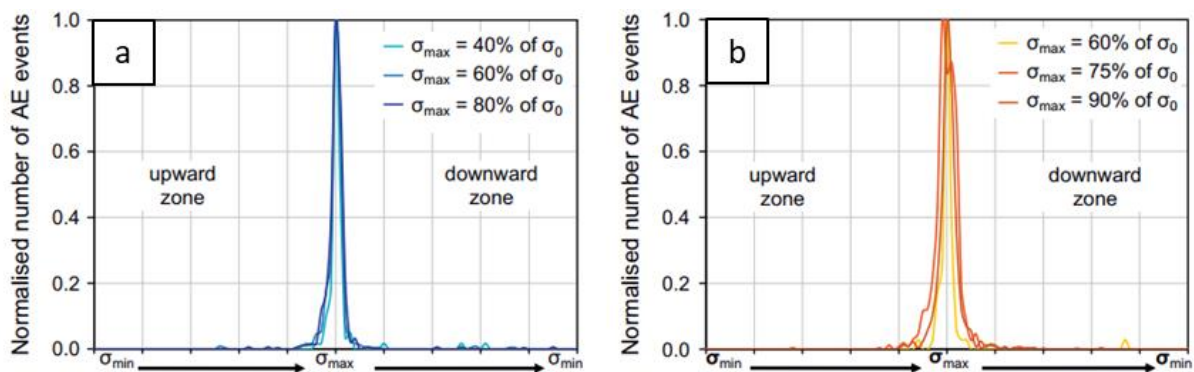


Fig. I.29 : Histogrammes des événements enregistrés par EA au cours d'un cycle de fatigue pour différents niveaux de chargement et pour deux orientations : a) $[(0/90)_7]$ et b) $[(\pm 45)_7]$ pour un composite tissé chanvre/époxy (de Vasconcellos et al., 2014).

La figure I.29 montre que l'endommagement du composite a lieu lors de chaque cycle de fatigue essentiellement pour des chargements supérieurs à 80% de la contrainte maximale de fatigue appliquée, et ce, quel que soit le niveau de contrainte maximal appliqué.

Haggui et al., quant à eux, ont réalisé des essais cycliques de traction sur un composite UD lin/thermoplastique avec un suivi par EA (Haggui et al., 2019) . Cette étude a permis d'identifier deux phénomènes :

- L'endommagement d'un composite ne se poursuit que pour une contrainte plus élevée que lors du précédent cycle de traction ;

- L'amplitude maximale des évènements acoustiques augmente lorsque la contrainte appliquée au matériau augmente.

L'endommagement qui intervient dans un matériau composite peut être de différentes natures. Les travaux de Claire Bonnafous (Bonnafous et al., 2010) sur des composites tissés chanvre/époxy ont permis d'identifier trois classes d'endommagement corrélées notamment à l'amplitude (Fig. I.30).

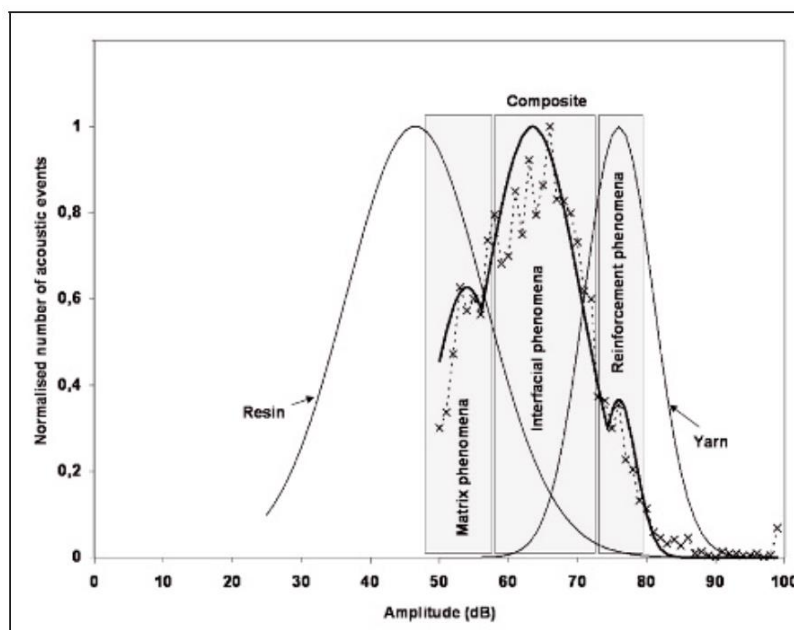


Fig. I.30 : Distribution des évènements acoustiques enregistrés pour un composite tissé chanvre/époxy $[(0/90)]_7$ par rapport aux données enregistrées pour la résine époxy pure et pour un fil de chanvre seul (Bonnafous et al., 2010).

La figure I.30 montre que trois types d'endommagement peuvent se développer dans ce composite :

- les fissures matricielles,
- l'endommagement interfacial,
- et les ruptures de fibres.

Ces trois types d'endommagement peuvent être identifiés par une classification des évènements acoustiques en amplitude (Bonnafous et al., 2010; de Vasconcellos et al., 2014). Mais une analyse plus complète basée sur d'autres descripteurs peut également être réalisée à l'aide d'algorithmes non supervisés comme celui des k-moyennes (Assarar et al., 2016; Ben Ameer et al., 2019; Haggui et al., 2019; Li, L. et al., 2016; Li, L. et al., 2014).

I.4.3. Analyse 3D par tomographie

La tomographie par rayons X permet d'avoir une représentation 3D de l'endommagement dans le matériau. Cette méthode est relativement récente et nécessite un investissement lourd. Les applications sur des composites à renfort d'origine végétale sont donc très peu nombreuses.

I.4.3.1. Principe

La tomographie, ou tomographie par absorption de rayons X, est une technique non destructive d'imagerie volumique d'un objet. Un canon à rayon X, appelé source, émet un faisceau de rayon X qui interagit avec la matière, avant d'être enregistré par un détecteur. Des clichés sont réalisés suivant plusieurs angles de rotation de l'éprouvette de manière à pouvoir effectuer, par calcul d'absorption des rayons X, une reconstruction par couche du matériau (Fig. I.31).

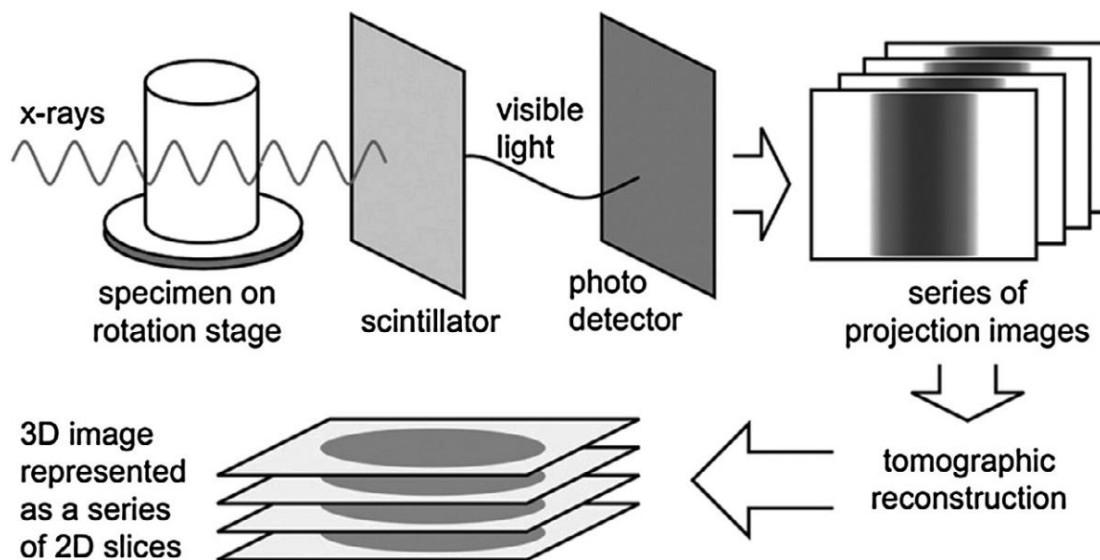


Fig. I.31 : Principe d'acquisition et de reconstruction d'un échantillon par tomographie par rayons X (Etaati et al., 2013).

La résolution de la tomographie dépend de la source, du détecteur et du pas de rotation de l'échantillon scanné. La microtomographie permet d'atteindre quelques microns de résolution spatiale. L'information volumique obtenue en sortie est un paquet d'images dont le niveau de gris en chaque « point » est proportionnel à l'absorption des rayons X par le matériau présent en ce « point ». Plus le numéro atomique des espèces chimiques est différent, plus il est facile de les identifier. Le composite est un matériau adapté à la tomographie de par la différence entre les espèces chimiques qui composent le renfort et la matrice.

Il est important de noter que l'exploitation d'une tomographie n'est pas le résultat d'une simple observation mais le fruit d'un calcul et d'une reconstruction numérique.

I.4.3.2. Exemples d'analyses

Dans la littérature, on trouve quelques études qui ont employé la tomographie sur des éco-composites à fibres courtes. Dans ces travaux, les auteurs se sont attachés à étudier la distribution des dimensions des fibres courtes ainsi que leur répartition dans la matrice (Di Giuseppe et al., 2016; Etaati et al., 2013; Ferreira et al., 2019; Guessasma et al., 2019).

L'étude des composites à renforts continus de fibres végétales par tomographie est très peu développée. On peut citer les travaux de Rask et al. (Rask et al., 2012), qui ont permis de visualiser l'endommagement dans un composite unidirectionnel lin/polypropylène au synchrotron (Fig. I.32).

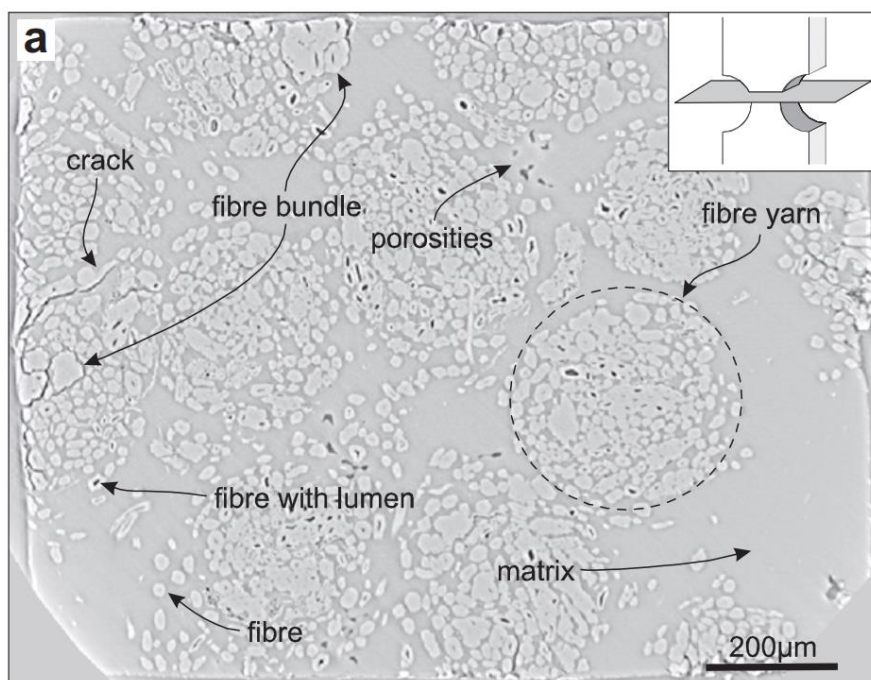


Fig. I.32 : Tomographie par rayon X réalisée au synchrotron d'une section d'éprouvette de composite unidirectionnel lin/polypropylène (Rask et al., 2012).

D'autre part Siengchin et al. (Siengchin and Dangtungee, 2013) ont utilisé la microtomographie pour déterminer le volume de porosité dans des composites tissés lin/PLA.

Au laboratoire, la microtomographie par rayon X a été utilisée dans des travaux antérieurs pour étudier l'endommagement dans un composite tissé chanvre/époxy après rupture par fatigue (de Vasconcellos et al., 2014), ainsi que l'endommagement intervenant au cours d'un essai de

traction interrompu, montrant la propagation de fissures sur les bords libres d'une éprouvette pour des niveaux de contrainte croissants (Perrier et al., 2017a).

I.5. Problématique de l'interface

L'interface fibre/matrice joue un rôle clé dans les performances mécaniques d'un composite. En effet, elle assure la transmission des contraintes entre la matrice et les renforts. La qualité de l'adhésion à l'interface est donc déterminante pour avoir de bonnes propriétés du composite (Jacob et al., 2005; Latif et al., 2019; Zhou et al., 2016).

I.5.1. Définition de l'interface

L'interface peut être une zone de réaction ou de diffusion dans laquelle a lieu une adhésion physique, mécanique et/ou chimique (Zhou et al., 2016). Les adhésions à l'interface peuvent donc être de différents types : blocage mécanique par frottement, attractions moléculaires ou pontages chimiques (Fig. I.33).

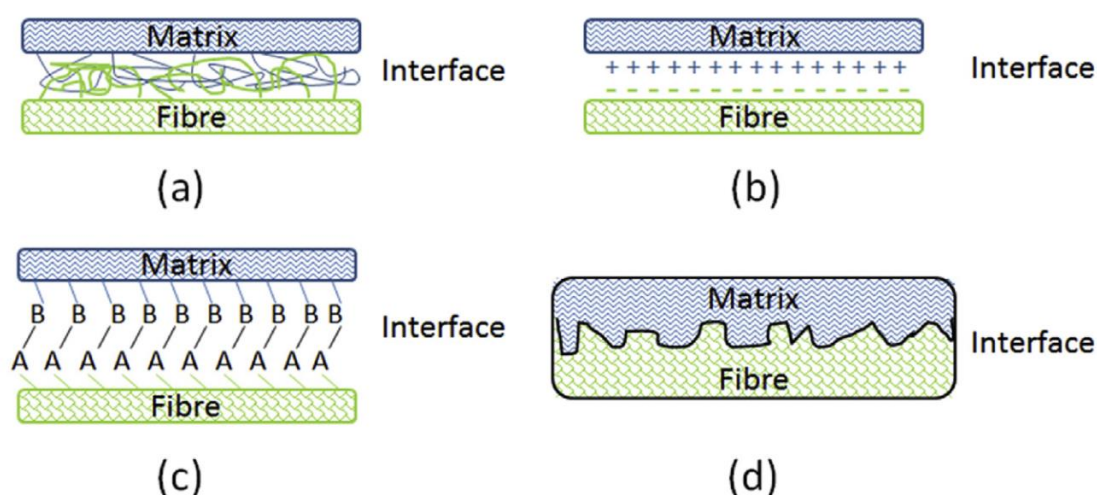


Fig. I.33 : Les différents mécanismes d'adhésion possibles à l'interface fibre/matrice dans un composite : a) interdiffusion moléculaire, b) adhésion électrostatique, c) pontage chimique et d) verrouillage mécanique (Zhou et al., 2016).

I.5.2. Les techniques de caractérisation de l'interface

L'interface fibre/matrice ayant un rôle majeur dans la résistance mécanique d'un composite, il est nécessaire de pouvoir caractériser la qualité de l'adhésion interfaciale. Il existe différentes techniques de caractérisation de l'interface.

La première approche consiste à déchausser la fibre de la matrice par arrachage ; il y a plusieurs variantes comme le test de déchaussement, de la microgoutte ou le test à trois fibres (Fig. I.34a-c). La résistance de cisaillement à l'interface (Interfacial Shear Strength, IFSS) est alors déterminée à partir de la force nécessaire pour décoller la fibre de la matrice, et de la surface de contact fibre/matrice. Cette technique permet de déterminer des forces d'adhésion et de frottement post-décollement, mais est très dépendante de l'expérimentateur et les éprouvettes sont difficiles à mettre en œuvre (Bergeret and Krawczak, 2006).

La deuxième approche consiste à enfoncer la fibre dans la matrice. Le test de push-out permet de tester l'adhésion à l'interface directement sur le composite. Il suffit de polir un échantillon qui présente une fibre perpendiculaire à la surface. Un indenteur vient ensuite appliquer une force sur la fibre jusqu'à sa décohésion et son glissement dans la matrice (Fig. I.34.d). La valeur de l'IFSS est obtenue grâce à la contrainte imposée par l'indenteur. Cette méthode est particulièrement adaptée à des composites à renfort UD synthétique, dans lesquels le renfort est un matériau homogène.

Une dernière méthode de caractérisation est l'essai de fragmentation qui sera détaillé dans le paragraphe suivant (Fig. I.34.e).

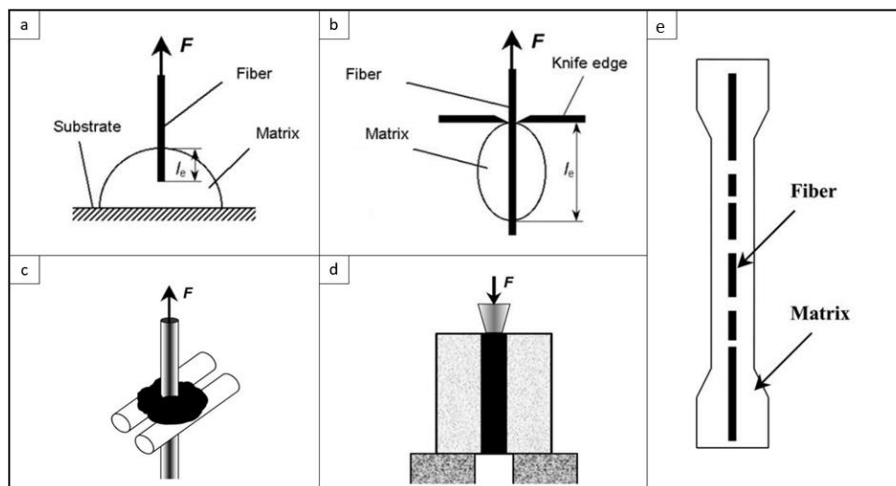


Fig. I.34 : Les différents tests de caractérisation de l'interface fibre/matrice : a) test de déchaussement, b) test de microgoutte, c) test à trois fibres, d) push-out et e) test de fragmentation (Zhandarov, 2005).

I.5.3. Les tests de fragmentation

I.5.3.1. Principe

Le test de fragmentation est une méthode de caractérisation de l'interface qui nécessite de fabriquer une éprouvette haltère monofilamentaire, c'est-à-dire une éprouvette de résine ayant en son centre une fibre unique coaxiale avec la direction de sollicitation (Fig. I.34.e). Cette éprouvette est ensuite soumise à un essai de traction. Lors du chargement, l'effort est transféré de la matrice vers la fibre, qui ont des rigidités différentes, entraînant une contrainte de cisaillement à l'interface. Lorsque la fibre a atteint sa contrainte à rupture elle va rompre en un point, déchargeant localement l'interface. Lorsque la déformation de l'éprouvette va se poursuivre, le chargement de la fibre va à nouveau dépasser sa contrainte à rupture en un autre point, formant des fragments de plus en plus petits jusqu'à une taille limite à partir de laquelle la fibre ne peut plus atteindre sa contrainte à rupture ; le nombre de fragments est alors arrivé à saturation et l'essai de fragmentation terminé. Plus la taille des fragments est faible, plus l'adhésion à l'interface est élevée car il suffit d'une plus petite surface de contact pour transférer une contrainte donnée.

Lorsque la saturation de la fragmentation est atteinte, la longueur de fragment l_f peut être mesurée et la longueur critique de fragment l_c est alors calculée par l'équation I.10 (Ohsawa et al., 1978) :

$$l_c = \frac{4}{3} l_f \quad \text{Eq. I.10}$$

La valeur de l_c et de la contrainte à rupture d'une fibre de longueur l_c permettent de calculer la valeur de l'IFSS grâce à l'Eq. I.11 (Kelly and Tyson, 1965) :

$$IFFS = \frac{\varnothing \sigma^{rupt}(l_c)}{2l_c} \quad \text{Eq. I.11}$$

avec :

- \varnothing le diamètre de la fibre,
- $\sigma^{rupt}(l_c)$ la contrainte à rupture en traction d'une fibre de longueur l_c ,
- l_c la longueur critique des fragments atteinte à saturation.

Pour pouvoir déterminer la contrainte à rupture d'une fibre de longueur l_c , on peut utiliser la distribution de Weibull des contraintes à rupture des fibres (Asloun et al., 1989; Zafeiropoulos and Baillie, 2007).

En effet, la loi de distribution de Weibull a pour équation (Eq. I.12) :

$$F(x, \alpha_w, \beta_w) = 1 - e^{-\left(\frac{x}{\beta_w}\right)^{\alpha_w}} \quad \text{Eq. I.12}$$

avec :

- x la variable avec laquelle la loi de Weibull est calculée,
- α_w le facteur de forme,
- β_w le paramètre d'échelle de la distribution.

Le facteur de forme de la loi de Weibull est lié à la dispersion tandis que le paramètre d'échelle est lié à la valeur dominante. Suivant cette distribution, la valeur dominante de la variable x de la loi est obtenue pour une valeur de la fonction de distribution de 0,35 et la dispersion de cette variable est comprise entre les valeurs de x ayant pour valeurs de la fonction de distribution 0,2 et 0,5.

Connaissant la contrainte à rupture de la fibre pour une longueur L_0 , sa contrainte à rupture pour une longueur l_c peut être extrapolée par la relation suivante (Eq. I.13) (Zafeiropoulos, 2007) :

$$\sigma_f^{rupt}(l_c) = \sigma_f^{rupt}(L_0) \left(\frac{L_0}{l_c}\right)^{\frac{1}{\alpha_w}} \quad \text{I. 13}$$

avec :

- $\sigma_f^{rupt}(l_c)$ la contrainte à rupture d'une fibre de longueur l_c ,
- $\sigma_f^{rupt}(L_0)$ la contrainte à rupture d'une fibre de longueur L_0 ,
- α_w le facteur de forme,
- l_c la longueur critique des fragments,
- L_0 la longueur de fibre testée.

Pour pouvoir déterminer la valeur de l'IFSS pour un couple fibre/matrice donné, il est donc nécessaire d'effectuer des essais de fragmentation sur éprouvettes composites monofilamentaires d'une part, et des essais de traction jusqu'à rupture sur les fibres seules d'autre part.

I.5.3.2. Exemples d'applications

Les essais de fragmentation sont très utilisés pour déterminer l'adhésion interfaciale dans les composites à fibres minérales, comme le verre (Ramirez et al., 2008), le carbone (Li, M. et al., 2014; Qian et al., 2010; Ramirez et al., 2008) ou encore le basalte (Seghini et al., 2019). Ces tests permettent notamment de comparer l'influence de traitements sur l'adhésion et ainsi de déterminer lesquels sont les plus intéressants.

On trouve également quelques études sur des tests de fragmentation appliqués à des composites à renfort d'origine végétale. Pour ces matériaux, il faut noter que ces tests peuvent être réalisés à différentes échelles : à l'échelle de la fibre unitaire, qui fait une dizaine de microns de diamètre, à l'échelle du faisceau de fibres (« bundle » en anglais), qui fait quelques dizaines de microns de diamètre, ou à l'échelle du fil, qui fait quelques centaines de microns de diamètre. Par exemple, pour le lin, on peut citer des tests de fragmentation sur fibre unitaire (Joffe et al., 2005; Zafeiropoulos and Baillie, 2007), sur faisceau de fibres (Awal et al., 2011) et sur fil (Seghini et al., 2018a). De même, en ce qui concerne le chanvre, on trouve des tests de fragmentation sur fibre unitaire (Beckermann and Pickering, 2008) et sur fil (Guillebaud-Bonnafous et al., 2012).

Dans ce travail de thèse, l'objectif est d'étudier l'interface renfort/matrice pour optimiser des composites tissés chanvre/époxy. L'échelle du fil est donc la plus adaptée, car c'est au niveau de l'interface fil/matrice que la transmission des efforts se fera dans le composite.

I.5.4. Traitements du renfort

L'interface est une problématique clé de l'étude des éco-composites. En raison de la différence d'hydrophilie entre la matrice et le renfort, l'adhésion à l'interface est un point faible de ces matériaux. Le traitement du renfort avant imprégnation par la résine est donc une piste d'amélioration du comportement mécanique des composites. Deux grandes familles de traitements existent : les traitements chimiques et les traitements physiques.

I.5.4.1. Traitements chimiques

Dans le cas des composites à fibres végétales, l'hydrophilie des renforts n'est pas chimiquement compatible avec les polymères constituant la matrice, qui sont comparativement hydrophobes. La composition chimique de la cellulose, de l'hémicellulose et de la lignine est décrite dans la figure I.35.

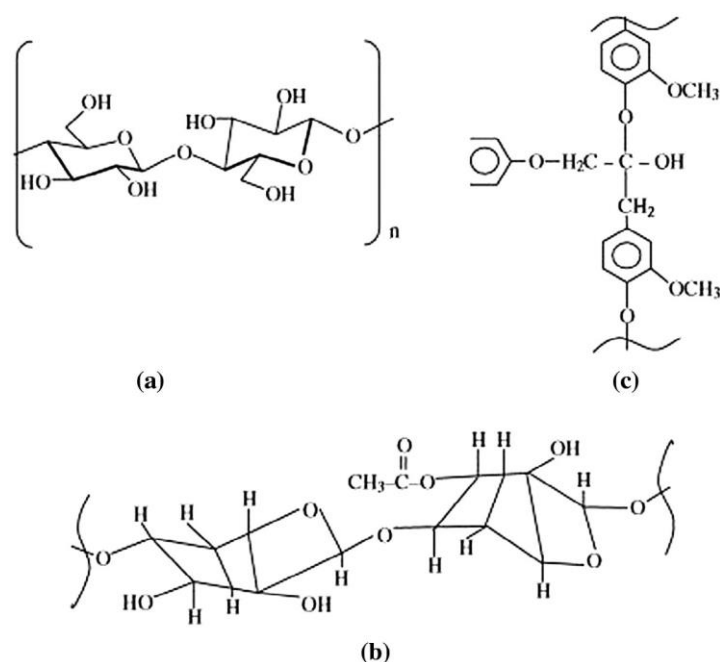


Fig. I.35 : Structure chimique de a) la cellulose, b) l'hémicellulose et c) la lignine. (Mohit and Arul Mozhi Selvan, 2018).

Les traitements chimiques vont donc avoir pour rôle de réagir avec les molécules du renfort afin de diminuer son hydrophilie et d'accroître ses possibilités d'accroche avec la matrice polymère. Différents types de traitements chimiques sont décrits dans la littérature (Kabir et al., 2012; Mohit and Arul Mozhi Selvan, 2018; Oushabi, 2019; Zhou et al., 2016) :

- Le traitement alcalin ou mercerisation est un traitement par solution aqueuse de NaOH qui modifie la structure moléculaire de la cellulose, transformant une partie de la zone cristalline de la cellulose en zone amorphe. Le nombre de groupements hydroxyles, qui sont hydrophiles, est diminué. Une diminution de la quantité d'hémicellulose, de lignine et de cires est également constatée. La rugosité des fibres est donc augmentée.

- Le traitement par acétylation permet la réaction entre l'acétyle (CH_3CO) et les hydroxyles de la cellulose pour diminuer l'hydrophilie. Mais ce traitement diminue également la rugosité des renforts, ce qui limite donc l'adhésion par verrouillage mécanique.

- Le traitement par benzylation consiste à substituer les hydroxyles de la cellulose par un groupe benzoyle, ce qui se traduit par une diminution de l'hydrophilie et une meilleure adhésion.

- Le traitement au peroxyde passe par la formation de radicaux libres (OH) qui réagissent également avec les groupes hydroxyles, diminuant l'hydrophilie et améliorant l'adhésion à l'interface.

- Les couplages chimiques sont des traitements différents car les espèces chimiques mises en jeu ne se substituent pas à des groupements du renfort uniquement mais également à des groupements de la matrice, formant ainsi des pontages chimiques. On trouve principalement la silanisation et le couplage à l'acide maléique, ce dernier réagissant avec les hydroxyles de l'hémicellulose.

- Un traitement enzymatique sur du lin a été développé dans les années 1980 afin de dégrader de manière biologique les polysaccharides non cellulosiques du lin (Liu et al., 2016; Ramesh, 2019). Un traitement enzymatique à base de pectinase a par exemple été testé pour améliorer l'adhésion à l'interface lin/époxy et lin/vinylester (Seghini, 2020).

Dans ce travail de thèse, cinq traitements chimiques seront testés sur les fils de chanvre : un traitement à la soude, au peroxyde d'hydrogène, au tributyl citrate, à l'acide maléique et un traitement au triéthoxyvinylsilane.

I.5.4.2. Traitements physiques

Les traitements physiques permettent de modifier la surface des renforts sans avoir à les immerger dans une solution chimique.

Les traitements corona sont des traitements par plasma basse température créé par des électrodes asymétriques, dont l'une est pointue. Il en résulte des arcs de petites tailles au niveau de l'électrode pointue, créant un plasma relativement énergétique pouvant ioniser la surface des fibres et modifier leurs propriétés de surface (Mohit and Arul Mozhi Selvan, 2018).

Les traitements au plasma nécessitent l'utilisation d'un réacteur dans lequel un plasma est créé entre deux électrodes. La création du plasma est différente du traitement corona, mais les modifications de surface des fibres sont similaires (Mohit and Arul Mozhi Selvan, 2018; Ramesh, 2019). Différents gaz peuvent être choisis pour créer le plasma (oxygène pur, air, argon...) selon les résultats attendus. Ventura et al. ont par exemple utilisé un plasma froid d'argon et Enciso et al. un plasma d'air pour améliorer l'hydrophobicité du lin (Enciso et al., 2018; Ventura et al., 2017,

2016). Le plasma peut également être utilisé pour déposer un revêtement polymère à la surface des renforts, par Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition (PECVD). Par exemple, un traitement par plasma d'oxygène suivi par le dépôt d'un film mince polymère de tétravinylsilane par PECVD sur la surface des fils de lin a montré des résultats très prometteurs pour l'interface lin/époxy (Seghini et al., 2020).

Le traitement par autoclave consiste à placer les fibres végétales dans de la vapeur chaude avant de la sécher, ce qui abaisse par la suite son hydrophilie (Ramesh, 2019).

Dans ce travail de thèse, l'utilisation d'un plasma froid a été privilégiée, pour son faible impact environnemental.

Bilan sur l'état de l'art

Les composites à renfort d'origine végétale constituent une alternative intéressante aux composites à fibres de verre pour des applications semi-structurelles. Dans le but de développer un éco-composite aux performances mécaniques élevées, un tissu de chanvre et une résine époxy ont été sélectionnés pour ce travail de thèse.

La sensibilité à l'eau des éco-composites représente un frein à leur développement industriel. D'autre part, l'étude du comportement en fatigue est nécessaire pour caractériser la durabilité de ces matériaux soumis à une sollicitation cyclique, plus représentative du chargement vécu par une pièce de structure dans le domaine des transports. Dans la littérature, il y a très peu de travaux relatifs à l'effet de l'humidité sur le comportement en fatigue de composites à fibres végétales, en particulier à renfort continu. Dans ce travail, on se propose donc de prendre en compte l'effet de l'humidité sur le comportement en fatigue du composite tissé chanvre/époxy. Pour analyser la durée de vie de ce composite, les mécanismes d'endommagement seront étudiés par les méthodes détaillées dans cet état de l'art, à savoir la microscopie, l'émission acoustique et la micro-tomographie.

Une des voies d'amélioration de la durabilité des éco-composites est d'accroître la qualité de l'interface renfort/matrice. Une analyse de l'adhésion interfaciale fil/matrice, basée sur des tests de fragmentation, sera donc menée pour le composite chanvre/époxy. Enfin, parmi les différents traitements chimiques et physiques présentés dans l'état de l'art, certains seront testés sur les fils de chanvre dans le but d'optimiser l'interface chanvre/époxy.

Chapitre II :

Matériaux et techniques

Ce chapitre présente dans un premier temps les matériaux de l'étude, c'est-à-dire les composites tissés chanvre/époxy et les éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy. Ensuite, les différents conditionnements étudiés sont détaillés. Puis les moyens expérimentaux utilisés sont décrits : les essais mécaniques avec le suivi par émission acoustique, et les techniques d'observation dont la microtomographie.

II.1. Fabrication des composites

Pour effectuer la fabrication des composites, la réticulation de la résine époxy a tout d'abord été optimisée.

II.1.1. Résine époxy

II.1.1.1. Description de la résine

La matrice utilisée est une résine thermodurcissable époxy : l'EPOLAM 2020, fournie par AXSON. Cette résine est caractérisée par :

- une faible viscosité,
- une bonne mouillabilité,
- une réactivité dépendante de l'accélérateur,
- une bonne résistance mécanique,
- une bonne tenue en température.

Ses propriétés (Tab. II.1) la rendent compatible avec les procédés de mise en œuvre des composites par imprégnation au contact, injection sous vide, injection basse pression et enroulement filamentaire.

Chimiquement, l'EPOLAM 2020 est un système époxy-amine. La résine se compose de bisphénol-A-épichlorhydrine (DGEBA) et bisphénol-F-épichlorhydrine (DGEBF) (Fig. II.1). Le durcisseur est constitué d'isophorone diamine (Fig. II.1) et de polyoxyalkylèneamine (Axson, 2018). Le ratio résine/durcisseur est de 100:34 en masse.

PROPRIETES PHYSIQUES					
Composition		RESINE	DURCISSEUR	ACCELERATEUR	MELANGE
Proportion de mélange en poids		100	34	0 à 10	
Proportion de mélange en volume à 25 °C		100	41	-	
Aspect		liquide	liquide	liquide	liquide
Couleur		incolore	incolore	incolore	incolore
Viscosité à 25 °C (mPa.s)	BROOKFIELD LVT	1.600	40	1.300	550
Densité à 25 °C	ISO 1675 : 1985	1,17	0,96	1,10	1,11
Pot life à 25 °C sur 500 g (min)	Gel Timer TECAM			0 phr acc. : 120	
Temps de gel à 23 °C sur 500 g (min)	ASTM D 2471-99			0 phr acc : 100 10 phr acc : 20	

PROPRIETES MECANQUES (1)			
Module de flexion	ISO 178 : 2001	MPa	3100
Contrainte en flexion maximale	ISO 178 : 2001	MPa	126
Résistance en traction	ISO 527 : 1993	MPa	78
Dureté finale	ISO 868 : 2003	Shore D	88
Température de transition vitreuse (Tg)	ISO 11359 : 2002	°C	80
Temps de démoulage à température ambiante sans accélérateur	LT 051 : 1998	h	48
Temps de durcissement complet à température ambiante	-	j	7

(1) : Valeurs moyennes obtenues sur éprouvettes normalisées / Durcissement 24 heures à température ambiante + 16 heures à 60 °C et à des taux d'accélérateur compris entre 0 % et 5 % par rapport à la résine.

NB : Ces valeurs sont déterminées sur la résine pure (sans renfort)

Tab. II.1 : Données fabricant sur la résine EPOLAM 2020.

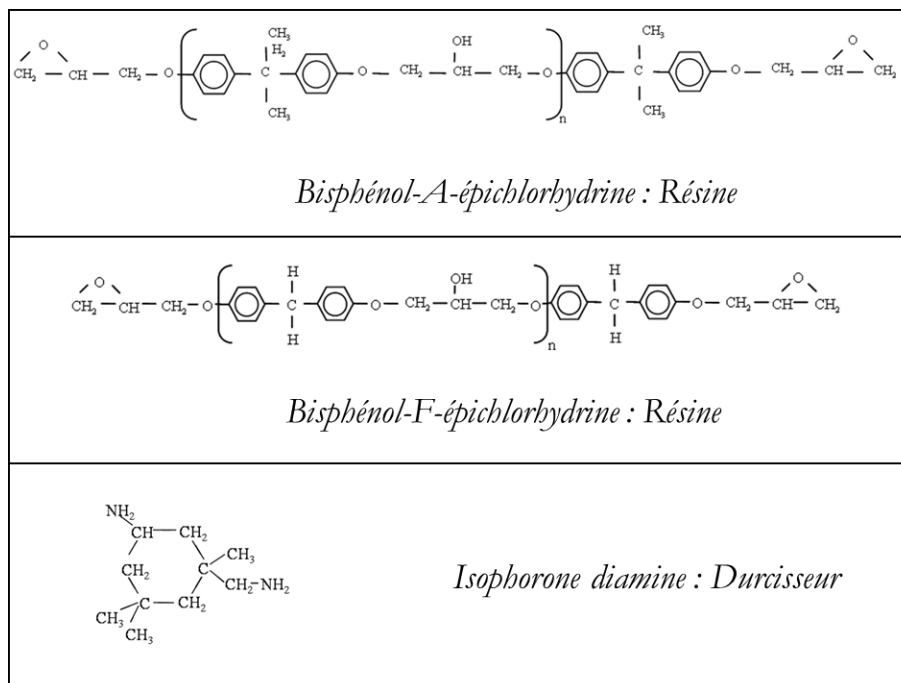


Fig. II.1: Formules chimiques des principaux composants de la résine EPOLAM 2020 et du durcisseur.

Dans une étude antérieure, le cycle de cuisson de cette résine a été optimisé pour obtenir une réticulation maximale (Bonnafous, 2011). Ce cycle de cuisson est constitué de 48h de polymérisation à l'ambiante suivi de 3h à 40°C, 2h à 60°C, 2h à 80°C puis 4h à 100°C.

Cependant, le taux d'accélérateur peut également jouer sur la réticulation de la résine. L'accélérateur de l'EPOLAM 2020 est un mélange de substances dont la pipérazine à hauteur de 15 à 20%. Une optimisation du taux d'accélérateur a donc été effectuée.

II.1.1.2. Optimisation du taux d'accélérateur

Le degré de réticulation de la résine peut être évalué via la température de transition vitreuse T_g . Des échantillons fabriqués avec différents taux d'accélérateur (4,4%, 2,2% et 2%) ont donc été testés par DSC (Differential Scanning Calorimetry, calorimétrie différentielle à balayage). Un appareil Q20 de TA Instruments a été utilisé avec la modulation en température, de manière à pouvoir décorrélérer le saut de capacité calorifique lié au passage de la T_g du pic endothermique éventuel dû à la présence d'eau.

La modulation en température est effectuée via la somme d'une fonction linéaire et d'une fonction sinusoïdale (Eq. II.1) :

$$T = T_i + bt + A_m \sin(\omega t) \quad \text{II.1}$$

avec :

T la température de DSC,

T_i la température initiale,

t le temps en s,

ω la pulsation de la modulation, $\omega=2\pi/P$ avec P la période de modulation,

b la vitesse moyenne de chauffage,

A_m l'amplitude de modulation.

Dans cette étude, les conditions de modulation sont en « Heat only », ce qui signifie que la température modulée est toujours croissante. Les valeurs des paramètres ont été choisies pour détecter avec précision la T_g , ce qui nécessite notamment d'avoir au moins six périodes de modulation dans la zone de transition vitreuse : b vaut 3°C/min, A vaut 0,477°C et P vaut 60s. Deux capsules en aluminium de masse identique à 10⁻⁴g près sont utilisées : une capsule vide, de référence, et une capsule contenant un échantillon de résine d'une masse comprise entre 10 et 12 mg. Les essais de DSC ont été réalisés sous balayage d'azote gazeux avec la procédure suivante :

- maintien en température à 20°C pendant 3 minutes,
- montée modulée en température à 3°C/min jusqu'à 150°C,
- maintien à 150°C pendant 3 min,
- refroidissement modulé à 3 °C/min jusqu'à 20°C,
- maintien à 20°C pendant 3 minutes,
- montée modulée en température à 3°C/min jusqu'à 150°C.

Deux montées en température successives ont été appliquées afin de voir l'évolution éventuelle de T_g entre le premier et le deuxième chauffage.

Les résultats ont montré qu'un ratio massique d'accélérateur de 4,4% conduisait à une T_g de $70\pm 1^\circ\text{C}$ lors du premier chauffage, et $76\pm 1^\circ\text{C}$ lors du deuxième. Avec 2,2% d'accélérateur, la T_g est de $84\pm 1^\circ\text{C}$ au premier chauffage et $88\pm 1^\circ\text{C}$ au deuxième. Enfin, avec seulement 2% d'accélérateur, la T_g atteint une valeur maximale de $89\pm 1^\circ\text{C}$ au premier chauffage, et reste quasiment stable au deuxième chauffage ($91\pm 1^\circ\text{C}$), ce qui prouve que la réticulation complète a bien été atteinte (Figure II.2). Le ratio massique optimal entre résine, durcisseur et accélérateur s'établit donc à 100:34:2.

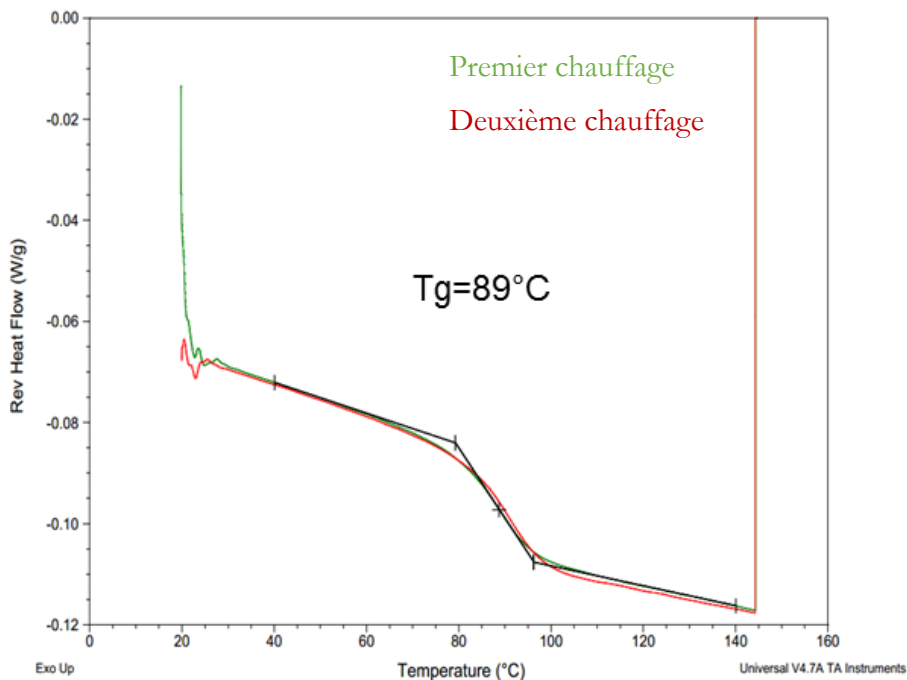


Fig. II.2 : Thermogrammes de DSC modulée sur un échantillon de résine époxy avec 2g d'accélérateur pour 100g de résine : flux de chaleur réversibles aux premier et deuxième chauffages.

Finalement, tous les composites ont été fabriqués avec ce ratio optimisé et avec le cycle de cuisson défini précédemment. Leur T_g a été mesurée par DSC. Une valeur moyenne de T_g de $89 \pm 2^\circ\text{C}$ a été obtenue sur l'ensemble des éprouvettes de composites.

II.1.2. Mise en œuvre des composites tissés chanvre/époxy

II.1.2.1. Tissu Kantal

Le renfort utilisé dans cette étude est un tissu de chanvre d'origine européenne avec un tissage de type toile (Fig. II.3.a), fourni par l'entreprise « Naturellement chanvre » et appelé « Kantal ». Son grammage est de $290 \pm 6 \text{ g/m}^2$ (Fig II.3.b). La direction 0° est identifiée comme parallèle au fil de chaîne et la direction 90° parallèle au fil de trame (Fig. II.3.a). Le fil de chaîne du tissu est plus tendu que le fil de trame, ce qui est dû au procédé de tissage.

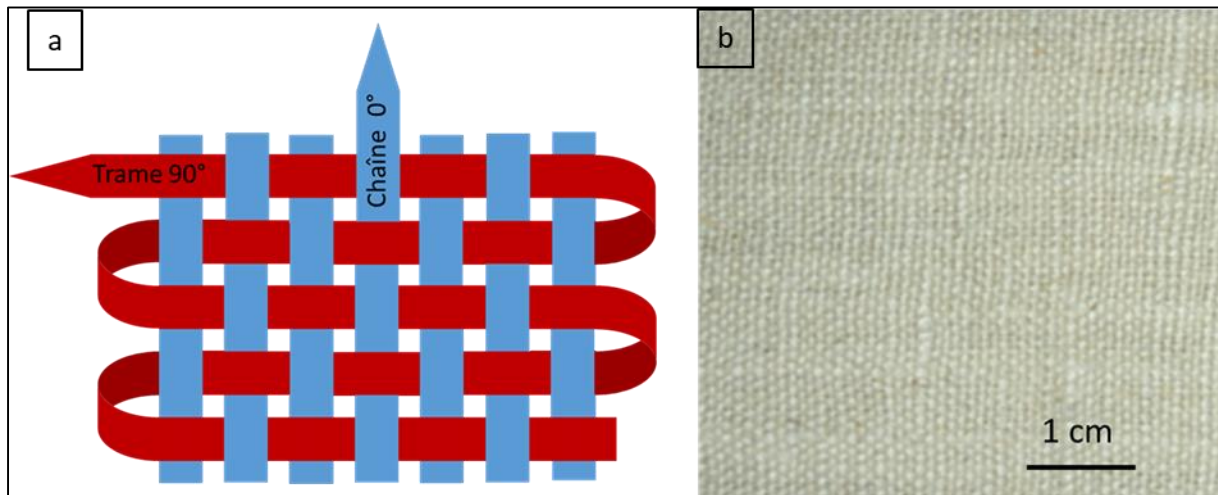


Fig. II.3: a) Schéma de tissage d'un tissu de type toile, b) Tissu de chanvre Kantal.

II.1.2.2. Elaboration

La fabrication des plaques de composites a été effectuée au laboratoire en collaboration avec Bastien Robert (Institut Pprime, D2) par infusion sous vide. Les composites sont constitués d'un empilement de sept plis de tissu, orientés dans la même direction et préalablement étuvés à 40°C pendant 24h. Ces plis sont placés sur une tôle en inox traitée au préalable par un démoulant. Le tissu d'arrachage, le tissu perforé et le filet drainant, favorisant la circulation de la résine, sont placés au-dessus des plis de chanvre. Une bâche à vide, maintenue hermétiquement par un joint en butyl contre la plaque en inox, est ensuite mise en place (Fig. II.4). La mise sous vide permet d'appliquer une force isostatique sur l'ensemble du système. La résine va ensuite être infusée dans les plis de tissu par capillarité et par aspiration due à la différence de pression induite par la mise

sous vide. Le vide appliqué pour la fabrication de ces composites est d'environ 30 mbar absolu, et la pression est maintenue pendant les 24h suivant l'injection de résine afin d'éliminer les bulles d'air résiduelles.

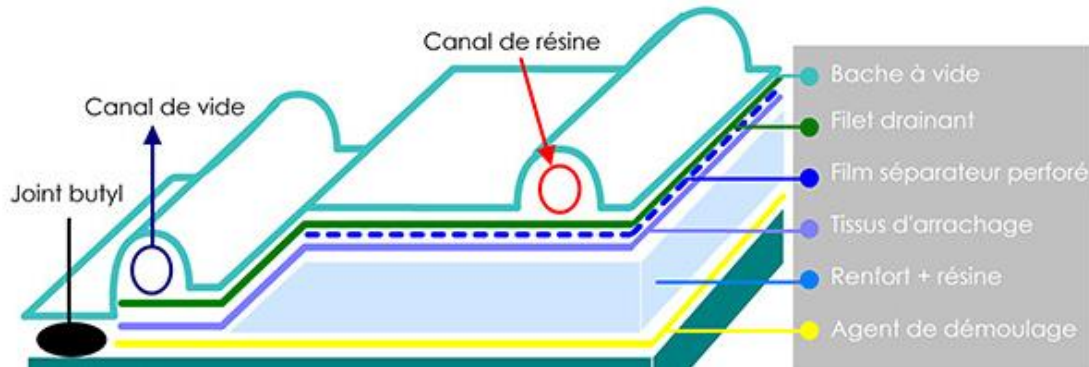


Fig. II.4 : Principe de l'infusion sous vide pour la fabrication des plaques de composite tissé chanvre/époxy
(*"Périphériques de vide," n.d.*)

Les éprouvettes sont ensuite découpées à sec au Charlyrobot (Fig. II.5) dans les plaques de composite suivant trois directions : $[(0/90)]_7$, $[(90/0)]_7$ et $[(\pm 45)]_7$ (Fig. II.6). Ces orientations permettent de tester le composite avec différentes sollicitations : les éprouvettes $[(0/90)]_7$ sont sollicitées dans la direction chaîne, les éprouvettes $[(90/0)]_7$ sont sollicitées dans la direction trame et les $[(\pm 45)]_7$ favorisent le cisaillement.

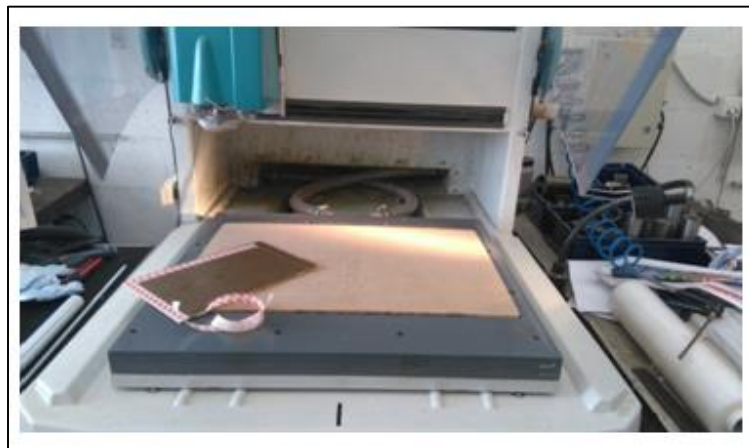


Fig. II.5 : Découpe au Charlyrobot

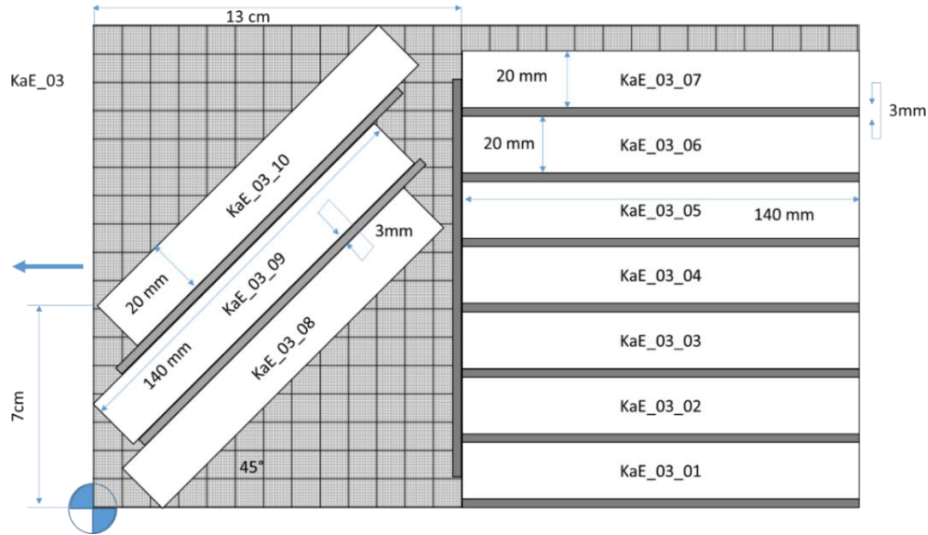


Fig. II.6 : Exemple de plan de découpe d'une plaque de composite tissé chanvre/époxy en éprouvettes suivant les deux orientations : 0/90 et ± 45 .

Les éprouvettes de composite ont une longueur de 140mm, une largeur de 20mm et une épaisseur de $3,5 \pm 0,2$ mm. La zone utile est de 80mm (Fig. II.7).

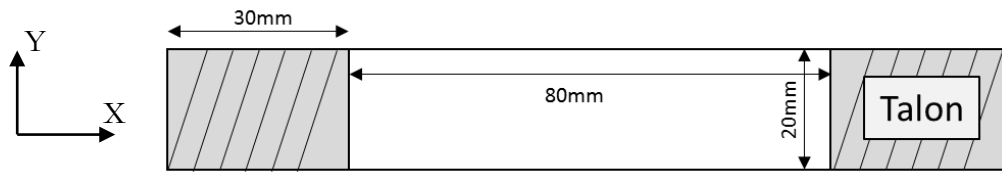


Fig. II.7 : Géométrie des éprouvettes de composite tissé chanvre/époxy.

II.1.2.3. Caractéristiques matériau

Après découpe, chaque éprouvette est pesée à l'aide d'une balance Sartorius RC210D (avec une précision de 0,01 mg) et mesurée à l'aide d'un pied à coulisse de précision. Le taux volumique de fibre (v_f) est alors déterminé pour chaque éprouvette grâce au calcul suivant (Eq. II.2 ; II.3 ; II.4) :

$$W_f = \frac{n \cdot A \cdot \rho_{surf-tissu}}{m} \quad \text{II.2}$$

$$\rho_c = \frac{m}{S_{moy} \cdot L} \quad \text{II.3}$$

$$v_f = \frac{W_f \cdot \rho_c}{\rho_f} = \frac{n \cdot \rho_{surf-tissu}}{\rho_f \cdot e} \quad \text{II.4}$$

avec :

- W_f la fraction massique de fibre,
- n le nombre de plis de tissu,
- A la surface de l'éprouvette,
- $\rho_{surf-tissu}$ la masse surfacique du tissu (290g/m²),
- m la masse de l'éprouvette,
- S_{moy} la section moyenne de l'éprouvette,
- L la longueur de l'éprouvette,
- e l'épaisseur de l'éprouvette,
- ρ_c la masse volumique de l'éprouvette de composite,
- ρ_f la masse volumique des fibres (une densité des fibres de chanvre de 1,48 a été utilisée (Cheung et al., 2009)).

Pour l'ensemble des éprouvettes de composite tissé chanvre/époxy de cette étude, la valeur moyenne mesurée du taux volumique de fibres est de : $40 \pm 2,4\%$.

Concernant le taux de porosité, il était trop faible pour être correctement déterminé par pesée. Il a donc été mesuré sur les 35 éprouvettes scannées par microtomographie. La quantification du nombre de voxels noirs présents dans le volume de chaque éprouvette a permis d'évaluer le taux volumique de porosité. La distribution des mesures par éprouvette est présentée sur la Fig. II.8.

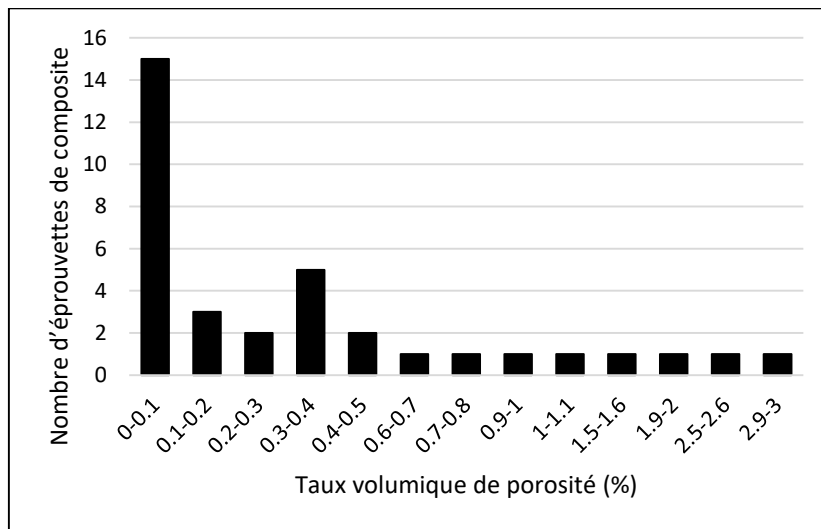


Fig. II.8 : Distribution du taux volumique de porosité mesuré par microtomographie dans les éprouvettes de composite tissé chanvre/époxy.

On peut voir sur la figure II.8 que le taux volumique de porosité est très faible dans les composites fabriqués, inférieur à 3%. Dans 77% des éprouvettes, ce taux est même inférieur à 0,5%. De plus, les observations microtomographiques ont montré que le diamètre moyen des porosités est de 100 ± 25 microns.

II.1.3. Fabrication des éprouvettes monofilamentaires

II.1.3.1. Fil Oléron

Le fil utilisé pour la fabrication des éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy est un fil de chanvre fourni par l'entreprise Lin et L'Autre, sur l'île d'Oléron en France. Son diamètre moyen a été mesuré égal à 308 ± 25 μm et l'angle à la surface du fil est de $13,4 \pm 3,8^\circ$ (Figure II.9).

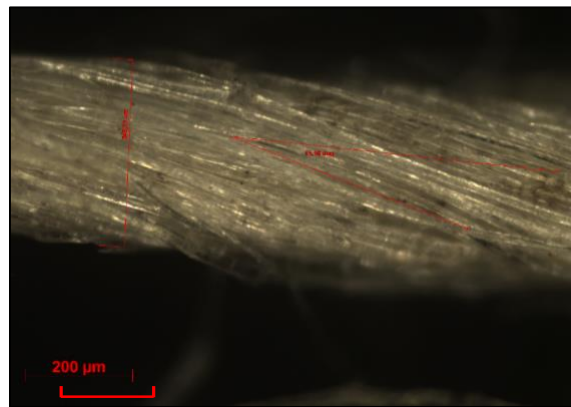


Fig. II.9 : Micrographie du fil Oléron.

II.1.3.2. Conception du moule et élaboration

La fabrication des éprouvettes monofilamentaires a été réalisée par coulée et a nécessité la mise au point d'un moule spécifique, conçu et réalisé au laboratoire (Fig. II.10).

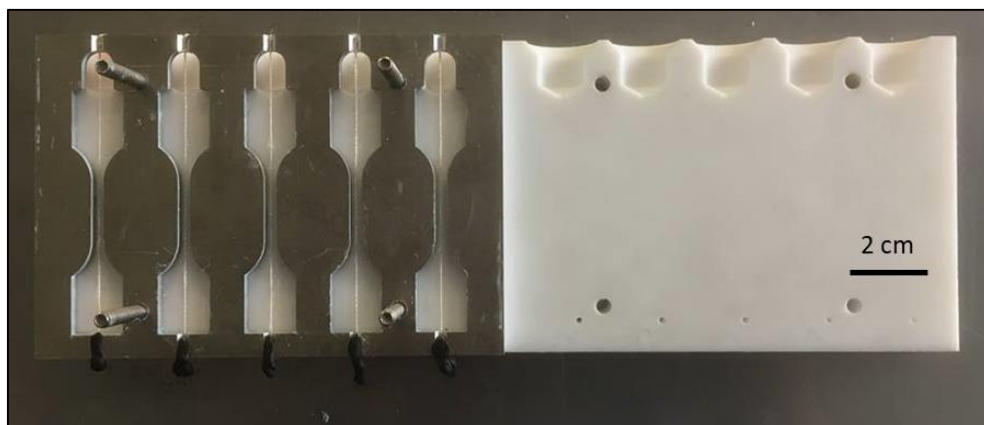


Fig. II.10 : Moule développé pour la fabrication des éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy.

Ce moule est constitué d'une empreinte en aluminium permettant d'avoir la forme de l'éprouvette haltère et de centrer le fil dans la longueur. Deux contre-moules en téflon viennent refermer l'ensemble, permettant de limiter l'emploi de produits démoulants. Ce design permet la fabrication d'éprouvettes indépendamment de toute découpe ou usinage. Après la coulée de la résine époxy, un temps d'attente de 48h est respecté afin d'avoir une réticulation à l'ambiante de la matrice bien avancée, et donc une rigidité suffisante de l'éprouvette. Les éprouvettes sont ensuite délicatement démoulées, avant de suivre le cycle optimisé de cuisson puis un essai de DSC pour confirmer la bonne réticulation de la matrice.

La géométrie des éprouvettes monofilamentaires obtenues est représentée sur la Fig. II.11.

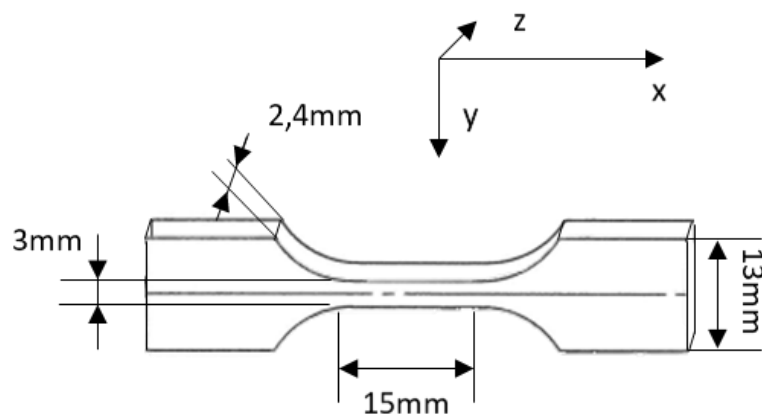


Fig. II.11 : Géométrie des éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy.

II.2. Définition des conditionnements : Ambient, Eau, RH95 et Séché

Dans ce travail de thèse, un des objectifs est d'étudier l'influence de l'humidité sur le comportement en fatigue d'un composite chanvre/époxy. Pour cela, quatre conditionnements différents ont été mis en place, chaque conditionnement étant défini par des conditions de stockage et d'essai mécanique particulières.

Les quatre conditionnements sont décrits ci-après (leur nom en anglais est précisé entre parenthèses) :

- **Conditionnement Ambient (Ambient) :**
 - Conditions de stockage : en environnement ambiant, c'est-à-dire à $RH50\pm5\%$ et $21\pm3^{\circ}C$.
 - Conditions d'essai mécanique : en environnement ambiant, c'est-à-dire à $RH50\pm5\%$ et $21\pm3^{\circ}C$.
- **Conditionnement Eau (Wet) :**
 - Conditions de stockage : immersion dans l'eau (plus de 90 jours) à une température de $21\pm3^{\circ}C$.
 - Conditions d'essai mécanique : dans une enceinte climatique saturée en humidité à $RH 97\pm2\%$ à $21\pm1^{\circ}C$.
- **Conditionnement RH95 (RH95) :**
 - Conditions de stockage : dans une enceinte SECASI SLH 200 à $RH 95 \pm 2\%$ et $21\pm1^{\circ}C$.
 - Conditions d'essai mécanique : dans une enceinte climatique à $RH 97\pm2\%$ et $21\pm1^{\circ}C$.
- **Conditionnement Séché (Wet/dry) :**
 - Conditions de stockage : Immersion dans l'eau (plus de 90 jours) à une température de $21\pm3^{\circ}C$ puis séchage de 48 h à une température de $40^{\circ}C$.
 - Conditions d'essai mécanique : dans une enceinte climatique à $RH 50\pm5\%$ et $21\pm1^{\circ}C$.

Pour tous les conditionnements, la température a été réglée à $21\pm3^{\circ}C$ de manière à ce que seul le paramètre d'humidité varie. Le conditionnement Ambient correspond à l'étude du composite en environnement ambiant : stockage et essais à l'ambiante. Le conditionnement Eau permet d'étudier les échantillons dans des conditions extrêmes d'humidité : les éprouvettes sont saturées en eau puis testées dans une enceinte saturée en humidité. À des fins de comparaison, certains échantillons ont subi non pas un vieillissement par immersion dans l'eau, mais un vieillissement dans une enceinte saturée en eau à RH95. Ils ont ensuite été testés également dans une enceinte saturée en humidité. Ainsi, il sera possible d'analyser l'influence de l'immersion du composite dans l'eau par rapport à un vieillissement en milieu humide. Enfin, le conditionnement Séché a pour objectif d'étudier le rôle du séchage après saturation en eau sur les propriétés mécaniques du composite.

II.3. Dispositifs des essais mécaniques

Au cours de cette étude, plusieurs machines d'essai mécanique ont été utilisées en fonction des éprouvettes testées.

II.3.1. Traction et fatigue sur les composites tissés

Les essais de traction et de fatigue sur les éprouvettes de composite tissé chanvre/époxy ont été réalisés sur une machine servo-hydraulique Instron 8802 équipée du logiciel *WaveMatrix™* (Fig. II.12.a). La cellule de force utilisée est une cellule de $\pm 100\text{kN}$. La machine est dotée de mors de serrage à six vis (Fig. II.12.b).

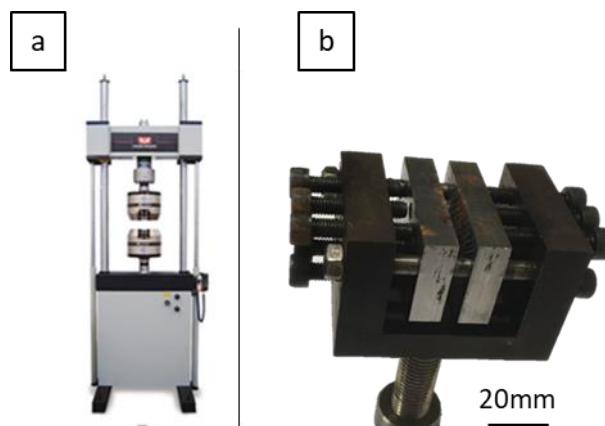


Fig. II.12 : a) Machine servo-hydraulique Instron 8802, b) Mors de serrage à six vis.

Du papier de verre est utilisé dans les mors afin d'éviter le glissement des talons de l'éprouvette dans les mors ainsi que la rupture des échantillons à la sortie des mors (Fig. II.13).

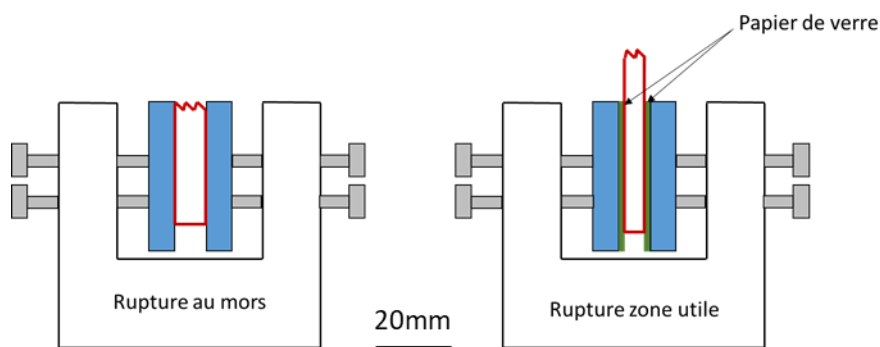


Fig. II.13 : Vue en coupe des mors de serrage sans et avec talons en papier de verre.

Une enceinte climatique WEISS TECHNIK T206 (Fig. II.14) permet d'effectuer les essais à température et hygrométrie contrôlées.



Fig. II.14 : Enceinte climatique permettant de contrôler la température et l'hygrométrie lors des essais de traction et de fatigue sur composites.

Essai de traction

Les essais de traction ont été pilotés en position à une vitesse de déplacement de traverse de 0,5mm/min et avec un PID adapté au matériau de l'étude. L'extensomètre à couteau utilisé est un Instron 2620-203 avec une rallonge de 15mm, soit avec une longueur utile totale de 25mm.

Essai de fatigue

Les essais de fatigue en traction-traction ont été pilotés en charge avec un signal sinusoïdal et une fréquence d'essai fixée à 1Hz pour éviter l'auto-échauffement des échantillons de composite. Le rapport de charge R appliqué était de 0,01. Aucun extensomètre n'a été utilisé pendant les essais de fatigue afin d'éviter la création d'amorce de rupture. La fréquence d'acquisition des données choisie est de 100 Hz, ce qui permet d'avoir 100 points d'enregistrement par cycle de fatigue. Le tracé précis des boucles de fatigue permet ainsi de pouvoir déterminer à chaque cycle (Fig. II.15) :

- la déformation minimale,
- la déformation maximale,
- le module sécant E,
- l'aire de la boucle d'hystérésis. Cette aire a été calculée comme étant la surface du polygone à 99 côtés inscrit dans la boucle d'hystérésis.

Le module sécant du 1^{er} cycle stabilisé (10^{ème} cycle de fatigue) sera également identifié pour chaque essai de fatigue et sera noté E_0 .

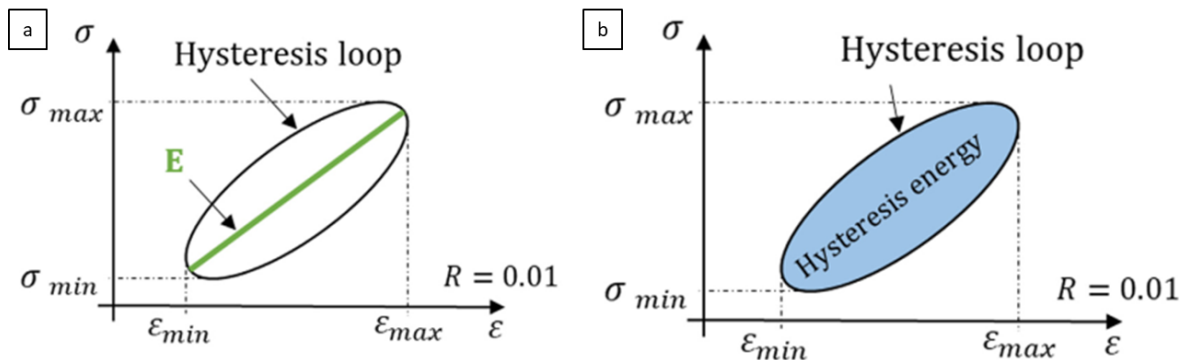


Fig. II.15 : Enregistrement des boucles d'hystérésis lors des essais de fatigue : a) détermination des déformations minimale et maximale, et du module sécant, b) détermination de l'aire des boucles d'hystérésis.

II.3.2. Traction sur les constituants

Deux machines d'essai ont été utilisées pour tester les éprouvettes monofilamentaires, les éprouvettes de résine seule et les fils seuls afin de pouvoir mener plusieurs essais en parallèle et ainsi de faire davantage d'essais dans l'objectif de réaliser une analyse statistique des résultats. La première machine est une machine de traction électromécanique Instron 1195. Elle était équipée d'une cellule de charge de ± 500 N pour les essais sur fil et de ± 2 kN pour les essais sur éprouvette monofilamentaire ou sur résine seule. La deuxième machine d'essai utilisée est une machine électromagnétique E1000. Elle est pilotée par un courant induit dans une bobine et dispose d'une cellule de charge de ± 1 kN.

Traction sur fil

Les essais de traction sur fil seul ont été réalisés à une vitesse de 0,1 mm/min. Cette vitesse a été optimisée en vue de diminuer le temps d'essai au profit de la quantité, pour des raisons statistiques. En effet, les premiers essais sur fils avaient été réalisés à la même vitesse que les essais de fragmentation : 0,01 mm/min. Puis il a été constaté que des essais à 0,1 mm/min donnaient les mêmes résultats mais pour un temps d'essai dix fois moindre. La vitesse de 0,1 mm/min a donc finalement été choisie. Pour réaliser ces essais, les fils de chanvre ont été fixés sur un support en papier de manière à obtenir une longueur utile de 10 mm (Fig. II.16).



Fig. II.16 : Exemple d'éprouvette de fil de chanvre seul, sur son support en papier.

Traction sur éprouvette de résine seule

Des éprouvettes de résine seule ont été fabriquées en utilisant le même moule que pour les éprouvettes monofilamentaires mais sans ajouter de fil. Les essais de traction sur les éprouvettes de résine seule ont été effectués à 0,1 mm/min comme pour les fils seuls. L'allongement a été mesuré avec un extensomètre à couteaux Instron 2620-601 de 12,5 mm de longueur utile.

Traction sur éprouvette monofilamentaire

Les essais de traction sur éprouvettes monofilamentaires ont pour but d'obtenir des fragments du fil de chanvre dans la résine époxy et d'atteindre la saturation de cette fragmentation, c'est-à-dire la longueur minimale possible de ces fragments dans toute la partie utile de l'éprouvette. Différentes vitesses de traction ont été testées. Une vitesse de 0,1mm/min est trop rapide et ne permet pas de fragmenter le fil. Avec la vitesse très lente de 0,005mm/min, la saturation de la fragmentation est bien atteinte mais chaque essai dure une journée. Finalement, la vitesse de 0,01mm/min a été choisie car elle permet d'atteindre la saturation de la fragmentation avec les mêmes valeurs de longueur de fragments que celles obtenues avec la vitesse de 0,005mm/min, mais avec une durée d'essai réduite à 3h.

Comme pour les éprouvettes de composite tissé, les éprouvettes monofilamentaires sont maintenues dans les mors avec du papier de verre afin d'éviter tout glissement des talons.

II.3.3. Instrumentation par émission acoustique

II.3.3.1. Paramètres d'enregistrement

Le système d'émission acoustique utilisé est le PCI-2 de Mistras Group Corporation. Les capteurs piezzo-électriques sont à larges bandes (micro80), avec une fréquence de résonance de 300 Hz et une surface de contact de 10mm de diamètre. Chaque capteur est équipé d'un préamplificateur de 40 dB et est positionné sur l'éprouvette en évitant tout contact avec les mors pour limiter les bruits parasites. Le seuil de détection en amplitude des émissions acoustiques a été choisi égal à 37 dB, valeur suffisamment basse pour pouvoir enregistrer les évènements de faible amplitude (souvent liés à l'endommagement matriciel), et suffisamment élevée pour éviter d'enregistrer des bruits parasites. L'agent de couplage entre l'éprouvette et le capteur était de la Patafix de marque UHU® et les capteurs étaient maintenus sur l'éprouvette à l'aide de pinces (Fig. II.17).

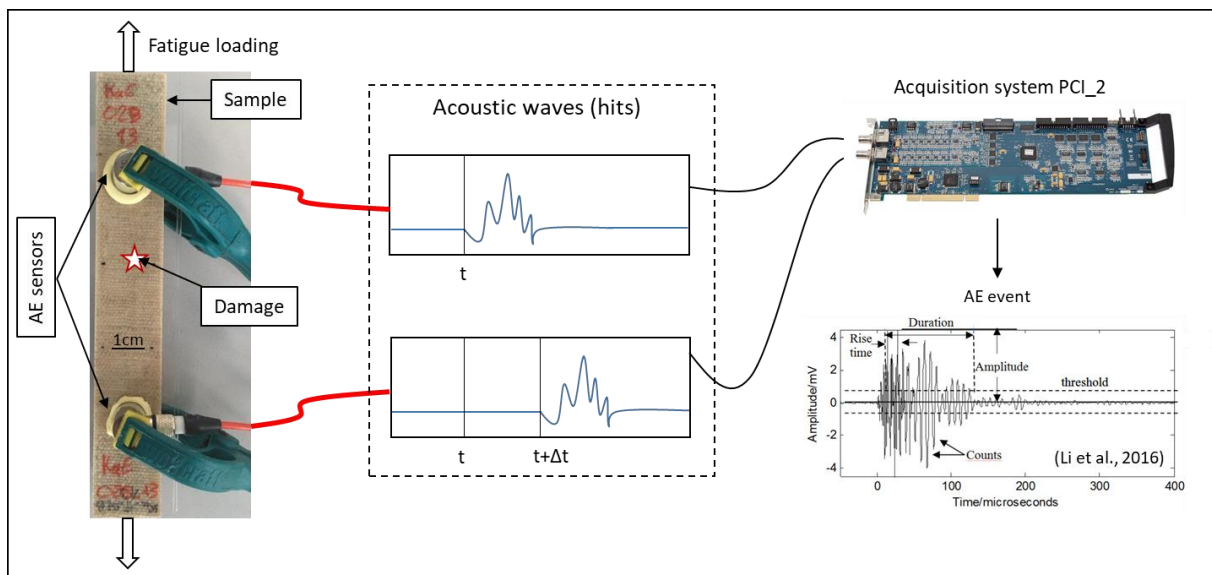


Fig. II.17 : Schéma de principe du système d'émission acoustique utilisé.

Pour chaque éprouvette, après serrage dans les mors de la machine d'essai et installation des capteurs, un essai AST (Auto Sensor Test) a été effectué. Cet essai consiste à envoyer une salve de 10 hits d'un capteur vers l'autre et inversement. En connaissant la distance entre les capteurs et en mesurant le temps mis par la salve pour aller d'un capteur à l'autre, on peut évaluer la vitesse de propagation des ondes acoustiques dans l'éprouvette. Cette vitesse est ensuite entrée dans le logiciel d'acquisition. Les essais AST permettent également de vérifier que le seuil de détection en amplitude est suffisamment élevé pour ne pas avoir de bruits parasites empêchant l'enregistrement d'un évènement acoustique. De plus, seules les ondes sonores qui ont donné lieu à l'enregistrement

d'un « hit » sur chaque capteur cohérent avec la vitesse de propagation et la distance inter-capteurs, sont conservées. Ainsi, l'analyse ne porte que sur des événements acoustiques (« events ») qui se sont produits dans la zone utile de l'éprouvette, ce qui évite de comptabiliser les bruits éventuels provenant des mors ou de la machine.

Des cassés de mine ont ensuite été effectués tous les centimètres le long de la zone utile de l'éprouvette. Cela permet, connaissant la distance des capteurs et la vitesse de l'onde sonore, de vérifier la bonne localisation de l'évènement acoustique. Les cassés de mine, qui ont une amplitude sonore proche de 100dB, ont également permis de déterminer les courbes d'atténuation. En effet, plus la distance entre le capteur et la source de l'émission acoustique est grande, plus l'amplitude décelée par le capteur est faible. Cette atténuation sera maximale au milieu de l'éprouvette, c'est-à-dire à environ 30 mm de chaque capteur. Les courbes d'atténuation ont été déterminées pour chaque capteur, chaque orientation de composite et chaque conditionnement. La Figure II.18 présente un exemple de courbe d'atténuation obtenue sur une éprouvette de composite tissé chanvre/époxy, d'orientation 0/90 et conditionnée à l'ambiante.

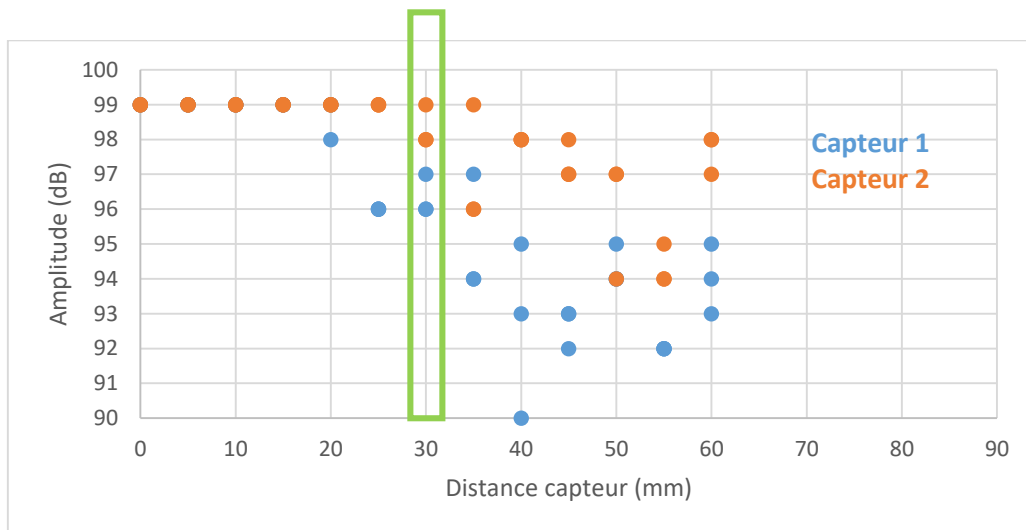


Fig. II.18 : Exemple de courbe d'atténuation d'émission acoustique obtenue par cassés de mine sur une éprouvette de composite tissé chanvre/époxy, d'orientation 0/90 et conditionnée à l'ambiante.

La figure II.18 montre que l'atténuation maximale à 30 mm des deux capteurs ne dépasse pas les 3dB. Ce phénomène sera donc négligé dans la suite.

Deux niveaux d'analyse des émissions acoustiques (EA) ont ensuite été appliqués : un premier niveau qui s'intéresse à tous les événements acoustiques enregistrés dans leur globalité, et un deuxième niveau qui consiste à séparer ces événements en différentes classes correspondant

chacune à un mécanisme d'endommagement (Ben Ameer et al., 2019; El Mahi et al., 2019; Jani et al., 2019b).

II.3.3.2. Reproductibilité

La reproductibilité de la méthode d'EA en fatigue a tout d'abord été vérifiée au niveau global. Pour cela, une comparaison a été effectuée entre les enregistrements réalisés lors de deux essais de fatigue sur des éprouvettes $[(0/90)]_7$ du composite tissé chanvre/époxy en conditionnement Eau pour un niveau maximal de contrainte égal à 80% de la contrainte à rupture en traction. La figure II.19 présente l'évolution du nombre cumulé d'évènements acoustiques au cours de chaque essai de fatigue. L'axe des ordonnées est normé par le nombre total d'évènements acoustiques enregistrés, et l'axe des abscisses par le nombre de cycles de fatigue à rupture, N_f , de chaque éprouvette. Cette comparaison confirme la bonne reproductibilité de la cinétique d'évolution des évènements enregistrés par émission acoustique en fatigue sur deux éprouvettes.

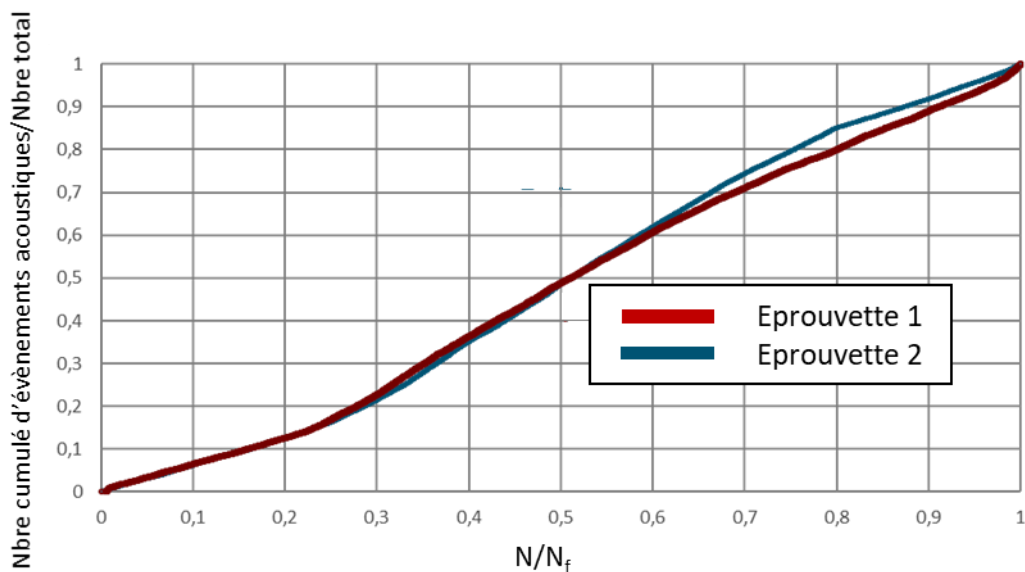


Fig. II.19 : Comparaison du nombre cumulé d'évènements acoustiques en fonction du nombre de cycles de fatigue (échelles normées) pour deux éprouvettes $[(0/90)]_7$ de composite tissé chanvre/époxy en conditionnement Eau testées à $\sigma_{max}=0,8\sigma_{rupt}$.

II.3.3.3. Procédure de classification

Pour une analyse plus fine des événements acoustiques, ils peuvent être séparés en différentes classes, chacune ayant ses propres caractéristiques.

En s'appuyant sur les résultats obtenus dans la littérature (Assarar et al., 2016; El Mahi et al., 2019; Marec et al., 2008), cinq descripteurs ont été sélectionnés pour effectuer le classement des événements acoustiques : l'amplitude, l'énergie absolue, le nombre de coups, la durée et le temps de montée.

Le post-traitement des émissions acoustiques a été réalisé à l'aide du logiciel libre de droit Orange Data Mining, basé sur le langage python. Ce logiciel est particulièrement adapté à l'exploitation des « Big Data », dont les émissions acoustiques font partie. Un exemple de post-traitement développé sous Orange Data Mining pour analyser les événements acoustiques enregistrés est présenté sur la figure II.20.

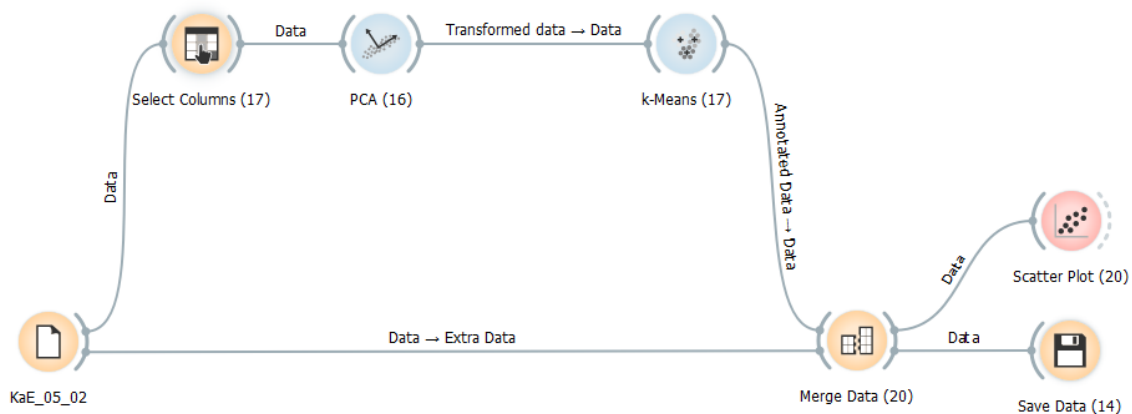


Fig. II.20 : Post-traitement par algorithme non supervisé développé sous Orange Data Mining pour analyser les événements acoustiques enregistrés lors des essais de traction et de fatigue sur composites.

Lors de la première étape du post-traitement, les cinq descripteurs sont normés et décomposés grâce à la méthode d'Analyse en Composantes Principales (PCA pour *Principal Component Analysis*). Cette méthode est basée sur la décomposition orthogonale aux valeurs propres et permet de transformer des variables liées entre elles en nouvelles variables décorrélatées les unes des autres appelées « composantes principales ». C'est une méthode efficace pour réduire le nombre de variables et rendre l'information moins redondante. En effet, les variables sont représentées dans un nouveau système de coordonnées qui prend en compte les projections contenant le plus d'informations (Li et al., 2016b; L. Li et al., 2014b). Dans notre étude, les données d'entrée sont les

cinq descripteurs des événements acoustiques. Ils sont projetés par PCA sur de nouvelles coordonnées qui présentent une variance maximale dans l'ensemble de données. Chaque composante principale Pd_i , pour $i = 1 \dots 5$, est donc définie par l'algorithme PCA et exprimée selon l'expression suivante (Li et al., 2016b) (Eq. II.5) :

$$Pd_i = \lambda_i PA + \lambda_i RT + \lambda_i C + \lambda_i D + \lambda_i EN \quad \text{II.5}$$

avec :

- λ_i le coefficient des composantes principales,
- PA l'amplitude maximale,
- RT le temps de montée jusqu'à l'amplitude maximale,
- C le nombre de coups,
- D la durée de l'évènement acoustique,
- EN l'énergie absolue.

Cette première étape permet également d'éliminer les éventuels points aberrants. En effet, les phénomènes acoustiques correspondant à des bruits parasites vont présenter des valeurs aberrantes dans le repère des composantes principales (Fig. II.21). Ils seront donc facilement identifiables et pourront être supprimés. Cela représente très peu de points. Par exemple, sur un essai avec 3520 événements acoustiques enregistrés, seuls 4 événements ont été supprimés (Fig. II.21).

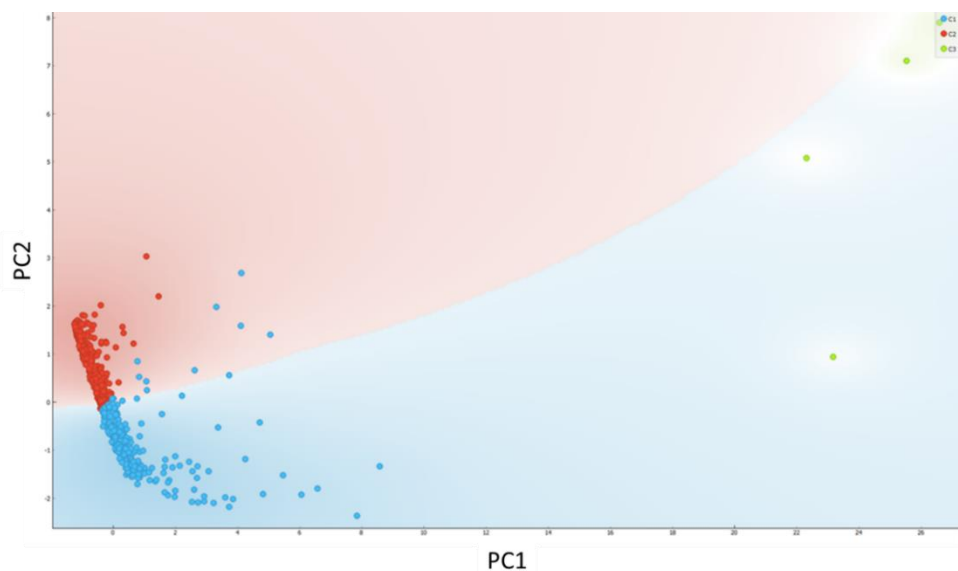


Fig. II.21 : Exemple de représentation des événements acoustiques dans les deux premières composantes principales obtenue pour un composite tissé chanvre/époxy [(0/90)₇] en conditionnement Eau testé en traction. Les points verts présentent des valeurs aberrantes et proviennent de bruits parasites, ils seront donc éliminés.

L'étape suivante consiste à traiter les données issues de la PCA par l'algorithme non supervisé des k-moyennes. Cet algorithme vise à partitionner les données en k classes (ou clusters) en minimisant la distance euclidienne entre chaque classe. Cet algorithme n'est pas supervisé, ce qui signifie que le nombre de classes doit être connu a priori. Il s'agit d'un algorithme itératif qui recalcule la distance entre les centroïdes des classes à chaque étape (Piech, 2013) :

1. Initialisation aléatoire des centroïdes $\mu_1, \mu_2, \dots, \mu_k$

2. Répéter jusqu'à convergence:

{

Pour chaque i , calculer :

$$c^{(i)} := \arg \min ||x^{(i)} - \mu_j||^2$$

Pour chaque j , calculer :

$$\mu_j := \frac{\sum_{i=1}^n 1_{\{c^{(i)}=j\}} x^{(i)}}{\sum_{i=1}^n 1_{\{c^{(i)}=j\}}}$$

}

où chaque EA est défini comme un x^i avec $i = 1..n, n \in N$, n étant le nombre total d'évènements acoustiques, $\mu_1, \mu_2, \dots, \mu_k$ sont les k centroïdes et les c^i avec $i = 1..n, n \in N$ sont les n distances euclidiennes entre les évènements acoustiques et les centroïdes.

Le principe de l'algorithme des k-moyennes est décrit sur la Fig. II.22 avec un exemple à quatre classes.

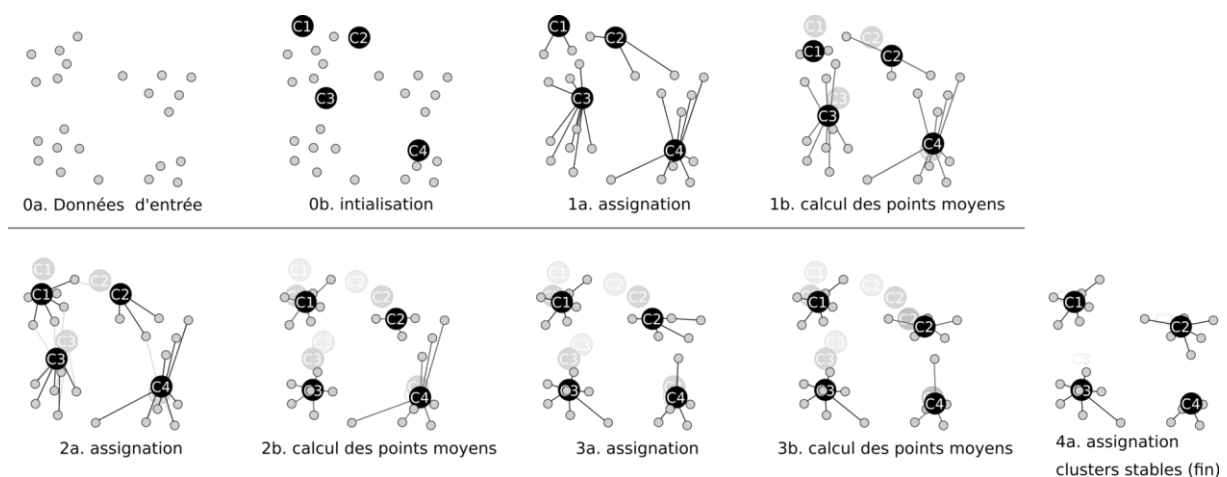


Fig. II.22 : Schématisation du principe de l'algorithme des k-moyennes : 0a) données d'entrée, 0b) initialisation des centroïdes des quatre classes, 1a) assignation des données par centroïde, 1b) calcul des nouveaux centroïdes, 2a) réassignation des données par centroïde, 2b) calcul des nouveaux centroïdes, 3a) réassignation des données par centroïde, 3b) calcul des nouveaux centroïdes, 4a) si l'itération est stable, assignation des données dans chaque classe définie par son centroïde ("K-moyennes," 2019).

Chaque classe a ensuite été associée à un mécanisme d'endommagement. Dans la littérature, plusieurs études portant sur l'endommagement dans les composites tissés ont mis en évidence la présence de trois mécanismes principaux d'endommagement : la fissuration matricielle, les décohésions interfaciales et les ruptures de fibres (Daggumati et al., 2010; Fujii et al., 1993; Pandita et al., 2001). Il a donc été choisi d'appliquer l'algorithme des k-moyennes avec trois classes. L'attribution d'un type d'endommagement à chaque classe a été faite en s'appuyant sur les diagrammes en étoile représentant les descripteurs des événements acoustiques (Godin et al., 2018b). Ces diagrammes ont été tracés pour chaque éprouvette de composite testée. Une très bonne reproductibilité a été obtenue quels que soient l'orientation du composite, son conditionnement, et le type d'essai mécanique (traction quasistatique ou fatigue). Cela valide la démarche de classification des événements acoustiques utilisée. La figure II.23 présente par exemple les diagrammes obtenus pour des échantillons de composite orientés à ± 45 et testés en fatigue avec deux conditionnements différents : Ambient et Eau. Les quantités représentées sur chaque branche de l'étoile sont les valeurs relatives moyennes des cinq descripteurs des événements acoustiques de chaque classe. On observe effectivement une bonne reproductibilité des trois classes d'EA pour ces deux conditionnements.

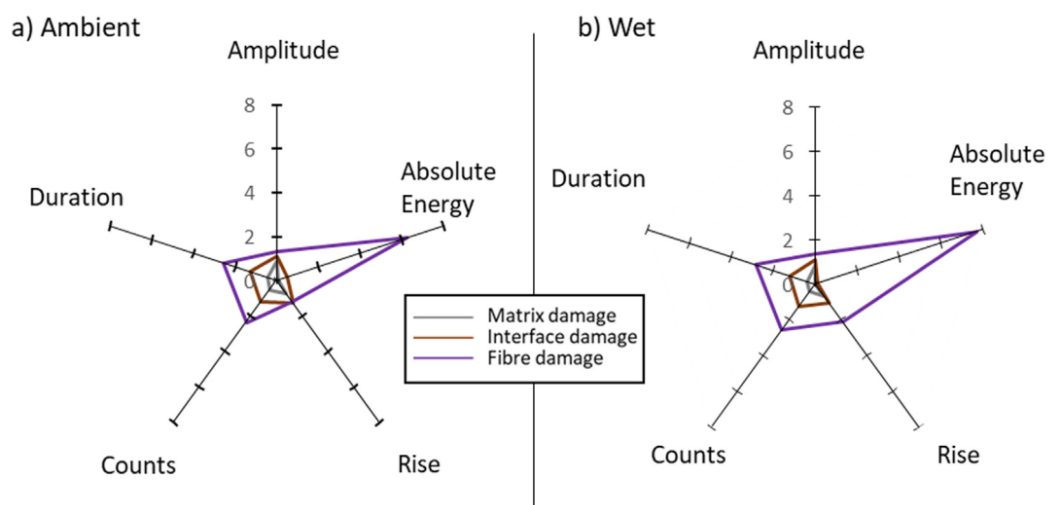


Fig. II.23 : Diagrammes en étoile des cinq descripteurs des événements acoustiques enregistrés lors d'essais de fatigue sur composite tissé chanvre/époxy $[(\pm 45)]_7$ à $\sigma_{max} = 0,9\sigma_{rupt}$ pour deux conditionnements a) Ambient et b) Eau.

L'attribution d'un mécanisme d'endommagement à chaque classe a été réalisée à partir de ces diagrammes. En effet, chaque type d'endommagement a ses propres caractéristiques : l'endommagement matriciel correspond à la classe de plus faible énergie et plus faible amplitude, la décohésion fibre/matrice correspond à des énergies et amplitudes intermédiaires, et la rupture

des fibres est le phénomène acoustique de plus haute énergie et de plus haute amplitude (Fig. II.23). Il a ainsi été possible d'associer chaque évènement acoustique enregistré à l'un de ces trois mécanismes d'endommagement. Par exemple, la figure II.24 présente la classification de tous les évènements acoustiques enregistrés lors d'un essai de fatigue à $\sigma_{\max} = 0,9 \sigma_{\text{rupt}}$ sur un composite $[(\pm 45)]_7$ en conditionnement Ambient.

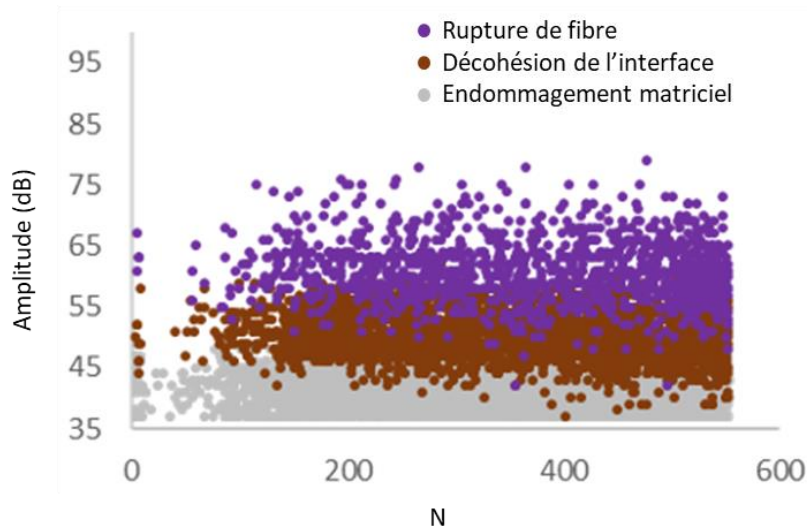


Fig. II.24 : Exemple de classification des évènements acoustiques pour un essai de fatigue sur composite tissé chanvre/époxy $[(\pm 45)]_7$ à $\sigma_{\max} = 0,9 \sigma_{\text{rupt}}$ en conditionnement Ambient.

II.4. Techniques d'observation

II.4.1. Microscopie optique et électronique

Une binoculaire LEICA Microsystems a été utilisée pour les grossissements jusqu'à x6, permettant notamment la mesure du diamètre des fils de chanvre. Pour de plus forts grossissements, le microscope optique Zeiss Axio Imager.Z2 Vario a été employé, pour faire par exemple des observations à l'échelle de la fibre élémentaire. Selon la finalité recherchée, les observations ont été réalisées en lumière réfléchie ou en lumière transmise.

Les observations de la section des fils ont été réalisées après un polissage à $3 \mu\text{m}$ (Fig. II.25), de même que pour les faces des éprouvettes monofilamentaires filmées pendant les essais mécaniques.

De plus, des observations avec un polariscope circulaire ont été réalisées afin de pouvoir observer les franges photoélastiques. En effet, la résine époxy utilisée possède des propriétés de biréfringence, c'est-à-dire que son indice de réfraction optique est lié à l'état de contrainte interne. En plaçant un échantillon monofilamentaire entre un polariseur et un analyseur, il est donc possible de visualiser l'état de contrainte dans la résine grâce à l'apparition de franges appelées isochromes, qui sont les lignes d'égales différences entre les contraintes principales.

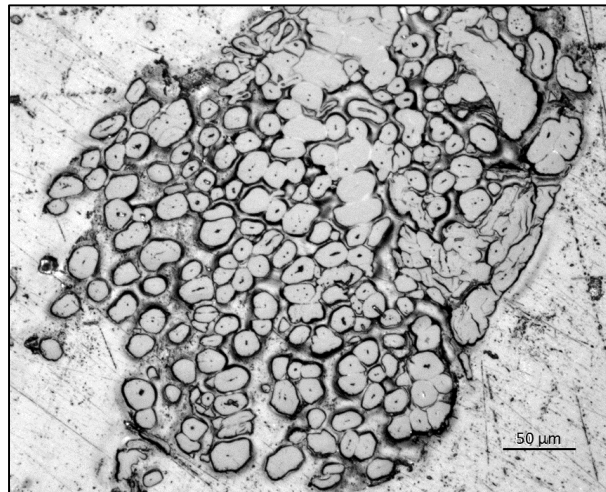


Fig. II.25 : Observation au microscope optique d'une section de fil de chanvre dans la matrice époxy (éprouvette monofilamentaire).

Des observations par microscopie électronique à balayage (MEB) ont également été réalisées, à l'aide d'un JEOL JBM-7000 MEB FEG. Ce microscope à cathode froide permet de travailler à de faibles tensions d'accélération, en l'occurrence 7 kV pour cette étude. Les matériaux observés n'étant pas conducteurs, ils ont dû être préalablement métallisés à l'aide d'un métalliseur CRESSINGTON 108 Auto, qui réalise le dépôt d'une fine couche d'or-palladium. Il a ainsi été possible d'observer les faciès de rupture des éprouvettes de composite tissé chanvre/époxy, comme on peut le voir par exemple sur la figure II.26.

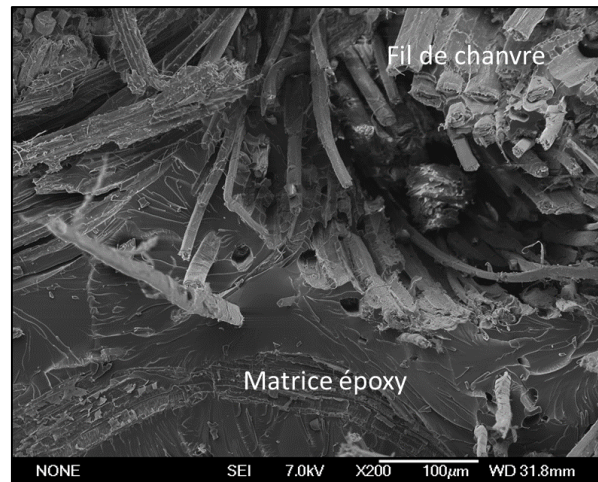


Fig. II.26 : Faciès de rupture observé au par microscope électronique à balayage après un essai de traction sur une éprouvette de composite tissé chanvre/époxy $[(0/90)]_7$ en conditionnement Ambient.

II.4.2. Microtomographie à rayons X

II.4.2.1. Paramètres d'enregistrement

La microtomographie par rayon X est une technique permettant de créer une représentation volumique d'un objet et de sa structure interne. Pour ce faire, l'échantillon est placé sur une platine motorisée, qui va balayer un secteur angulaire défini au préalable, suivant un pas donné. Une radiographie est réalisée pour chaque position angulaire. Une reconstruction mathématique est ensuite effectuée à l'aide de l'algorithme de Feldkamp, donnant une visualisation volumique de l'échantillon.

Dans cette étude, les microtomographies ont été réalisées par David Mellier à l'aide d'un UltraTom CT Scanner de RX Solution (Fig. II.27). Le système est composé d'un tube à rayon X Hamamatsu à micro-foyer avec une plage d'utilisation allant de 20 à 150 kV/0-500 μ A, pour une puissance maximale de 75 W. Une platine de manipulation de précision permet une rotation et deux translations afin de centrer l'éprouvette sur l'axe émetteur/détecteur et de régler le grandissement. L'angle du cône d'émission des rayons X est fixe mais la source et le détecteur peuvent être déplacés afin de régler le grandissement et la résolution de la microtomographie. Les réglages de puissance et de résolution dépendent du type d'éprouvette étudié.

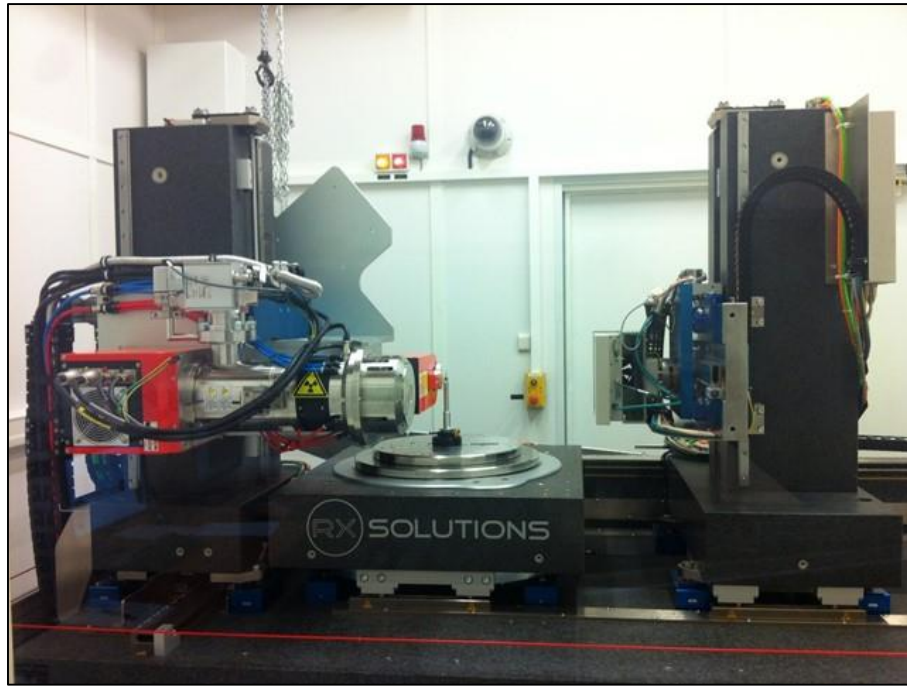


Fig. II.27 : Le microtomographe UltraTom CT Scanner (RX Solution) de l'Institut PPRIME.

Pour les éprouvettes de composite tissé chanvre/époxy, un volume de $30*20*4 \text{ mm}^3$ est scanné, avec une résolution de $15 \mu\text{m}$, une tension d'accélération de 50 kV et un courant de faisceau de $280 \mu\text{A}$. Le détecteur plan est un panneau de $1456*1840$ pixels, avec des pixels de $127 \mu\text{m}$. C'est un écran scintillateur de CsI dans une couche de silicone amorphe. Les niveaux de gris obtenus sont codés en 16 bits, soit 65536 niveaux de brillance, enregistrés au format .tiff. L'acquisition microtomographique de ce volume dure environ 2 h 30. Pour la reconstruction 3D, les radiographies ont été prises à 1120 valeurs angulaires sur une rotation de 360° .

Pour les éprouvettes monofilamentaires, une résolution plus fine, de $1,5 \mu\text{m}$, a été utilisée et un volume de $4*3*3 \text{ mm}^3$ a été scanné. Pour ce faire, l'échantillon a été placé au plus proche de l'émetteur, le détecteur quant à lui est identique. La tension d'accélération est de 65 kV avec un courant de faisceau de $135 \mu\text{A}$. Les radiographies ont également été prises à 1120 valeurs angulaires sur une rotation de 360° . La durée d'acquisition pour ces microtomographies à haute résolution est de 7 h pour chaque éprouvette monofilamentaire.

Le volume reconstruit issu de la microtomographie peut ensuite être analysé et post-traité, afin d'isoler les différents éléments : porosités, endommagements, renfort, matrice. La figure II.28 présente un exemple où seule la matrice a été conservée au cœur d'un composite tissé.

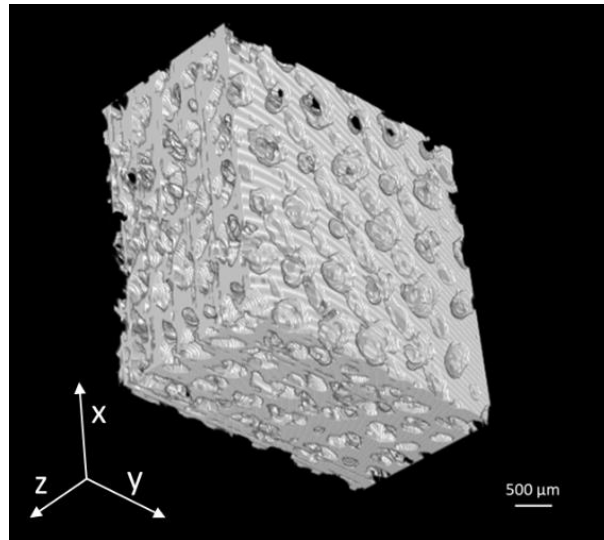


Fig. II.28 : Exemple de post-traitement de microtomographie pour isoler la matrice : volume correspondant aux cinq plis centraux d'un composite $[(\pm 45)]_7$

II.4.2.2. Méthode de segmentation

Pour réaliser une analyse quantitative des endommagements et des porosités dans les composites, le logiciel Fiji a été utilisé. C'est un logiciel libre de droit compatible avec Python notamment. Ce choix est effectué pour la simplicité et la robustesse du logiciel.

La première étape d'analyse consiste à définir une région d'étude (ROI : Region Of Interest) au plus proche de la zone de rupture de l'échantillon (Fig. II.29.a). Le même volume de ROI a été sélectionné sur toutes les éprouvettes afin de pouvoir effectuer des comparaisons fiables. La ROI ne doit pas contenir de zones hors éprouvette (Fig. II.29.b).

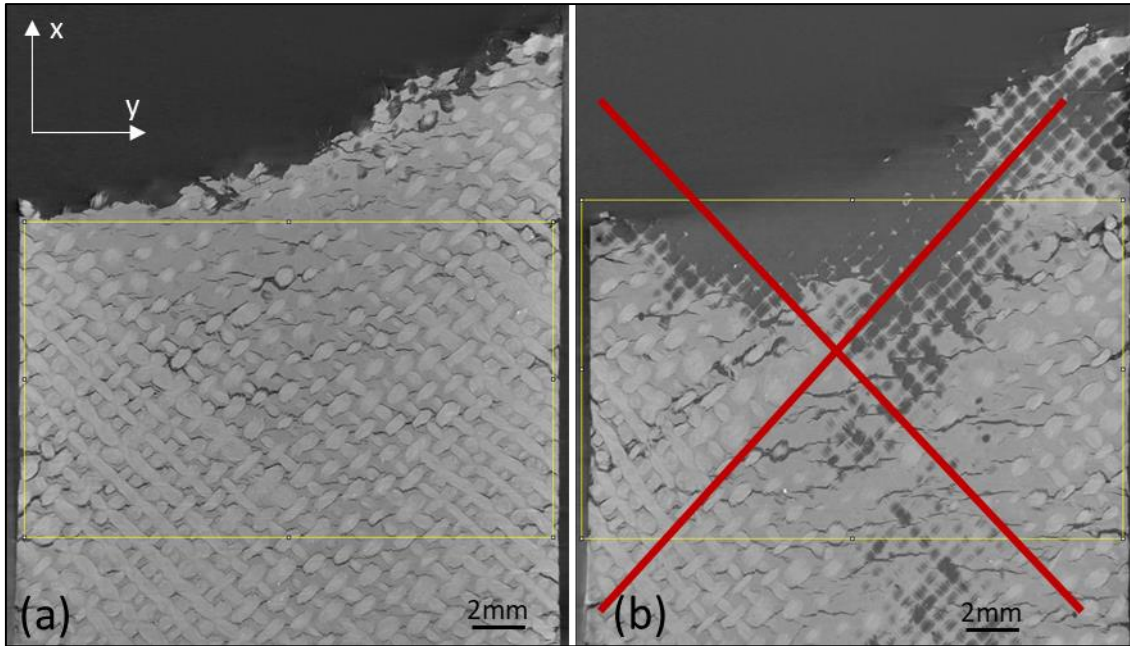


Fig. II.29 : Délimitation de la zone d'étude dans une microtomographie d'un composite $[(\pm 45)]_7$ après rupture en fatigue à $\sigma_{max} = 0,75 \sigma_{rupt}$ en conditionnement Eau.

La segmentation par niveaux de gris se fait ensuite dans la région d'étude en se basant sur la différence d'absorption des rayons X par l'air (porosités et endommagements), par la matrice et par le renfort. Une première tentative a consisté à travailler directement sur les images issues de la reconstruction 3D et de définir un seuil de segmentation unique pour toute la ROI. Mais cette méthode s'est révélée inadaptée car, dans certains plans de la ROI, ce qui est identifié comme de l'endommagement est en réalité de la matrice avec un niveau de gris un peu plus élevé que la moyenne (Fig. II.30).

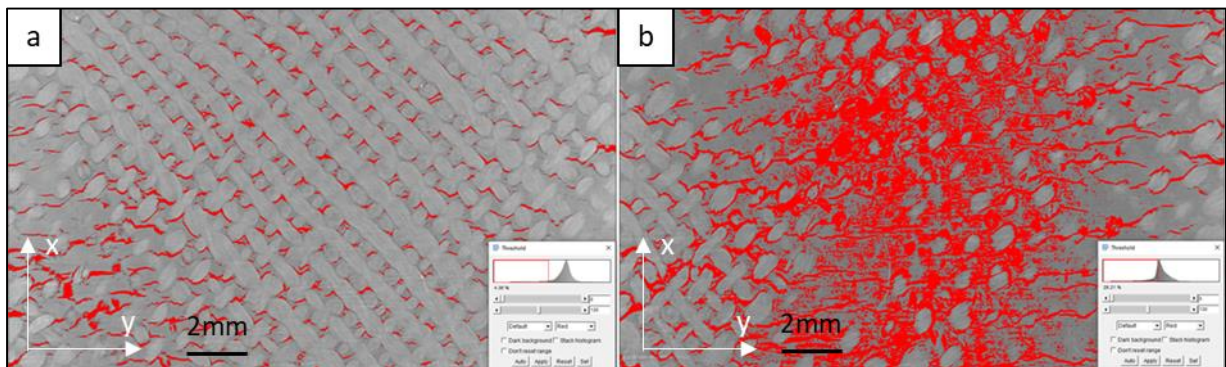


Fig. II.30 : Première tentative de segmentation sur un composite $[(\pm 45)]_7$ après rupture en fatigue en conditionnement Eau. a) Plan correctement segmenté, b) Plan où de la matrice est considérée comme de l'endommagement.

Il est donc nécessaire d'enlever le bruit de fond des images afin de mieux identifier les endommagements. Pour ce faire, une méthode de soustraction de bruit ambiant est effectuée, permettant d'homogénéiser les niveaux de gris d'une pile d'images. Pour chaque image, un flou gaussien est calculé puis une opération mathématique est effectuée (Eq. II.6) :

$$\text{Image traitée} = \text{Image initiale} - (\text{Flou gaussien} - \text{Image initiale}) \quad \text{II.6}$$

L'image ainsi obtenue (Fig. II.31.b) a un histogramme de niveaux de gris similaire à celui de l'image initiale (Fig. II.31.a) mais avec un bruit de fond lissé et une accentuation de l'écart des niveaux de gris des zones à fort gradient, ce qui va faciliter l'identification des endommagements par segmentation.

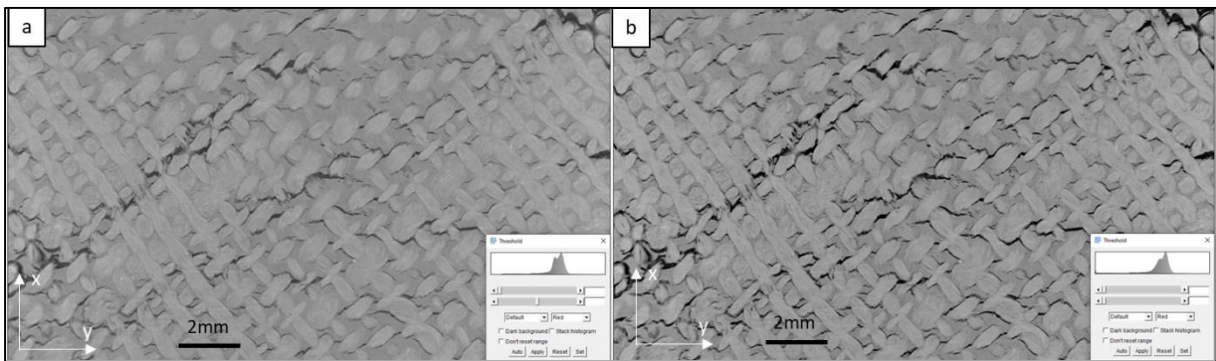


Fig. II.31 : Exemple d'application du flou gaussien sur une image dans un composite $[(\pm 45)]_7$ après rupture en fatigue en conditionnement Eau. a) Image initiale. b) Image après traitement.

L'autre intérêt de ce traitement par le flou gaussien (Eq. II.6) est la reproductibilité de la méthode. En effet, il n'y a aucun paramètre à choisir subjectivement par l'opérateur, aucun réglage « à l'œil » de contraste ou de brillance.

Ainsi, en appliquant la segmentation dans les mêmes plans que ceux présentés sur la figure II.30 mais après traitement par le flou gaussien, on obtient une identification correcte des endommagements, dans toute la pile d'images (Fig. II.32).

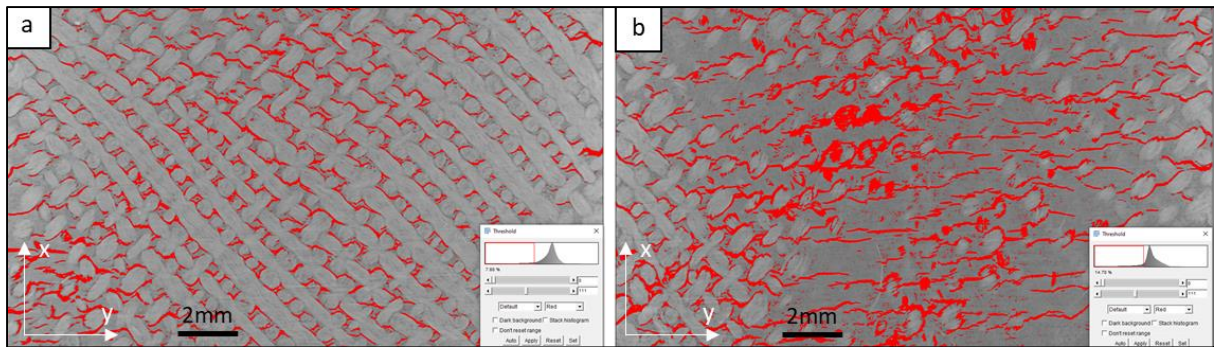


Fig. II.32 : Identification de l'endommagement par segmentation des images traitées par le flou gaussien, dans un composite $[(\pm 45)_7]$ après rupture en fatigue en conditionnement Eau. Les plans a) et b) sont les mêmes que ceux présentés sur la Figure II-30.

Dans un composite tissé, il y a une alternance de plis et donc certaines images obtenues par microtomographie sont riches en renfort de chanvre (dans les plis de tissu) alors que d'autres sont riches en matrice (aux inter-plis). Le choix d'une même valeur de seuil pour la segmentation de toute la pile d'images n'est donc pas adapté. Pour réaliser une segmentation optimisée et reproductible, un algorithme automatique non local a été employé, l'algorithme de Sauvola (Sauvola et al., 1997). Cet algorithme permet de segmenter spécifiquement les zones à fort gradient de niveaux de gris, ce qui est le cas des endommagements et des porosités. Un exemple de résultat de segmentation obtenu avec cet algorithme est présenté sur la figure II.33.

Il est ainsi possible de quantifier le nombre de voxels correspondant à de l'endommagement dans tout le volume étudié. En rapportant ce nombre au nombre total de voxels présents dans le volume étudié, on obtient le taux volumique d'endommagement dans l'éprouvette considérée.

Le taux de porosité a été déterminé en appliquant la même méthodologie mais avec une étape supplémentaire. Un exemple pris en surface d'une plaque de composite est présenté sur la figure II.34. Après segmentation par l'algorithme de Sauvola, les voxels identifiés contiennent à la fois les endommagements et les éventuelles porosités (Fig. II.34.a). Mais les porosités ayant un diamètre supérieur à celui de l'endommagement, il est possible d'isoler les porosités en érodant les voxels noirs dans l'image binarisée. Puis en re-dilatant les voxels noirs, on retrouve un volume de porosités très proche de celui qui était présent dans l'image initiale (Fig. II.34.b). Le taux volumique de porosité ainsi obtenu n'est pas une valeur absolue mais permet d'obtenir une valeur approchée, alors qu'il était trop faible pour pouvoir être correctement déterminé par la méthode classique par pesée et mesures géométriques.

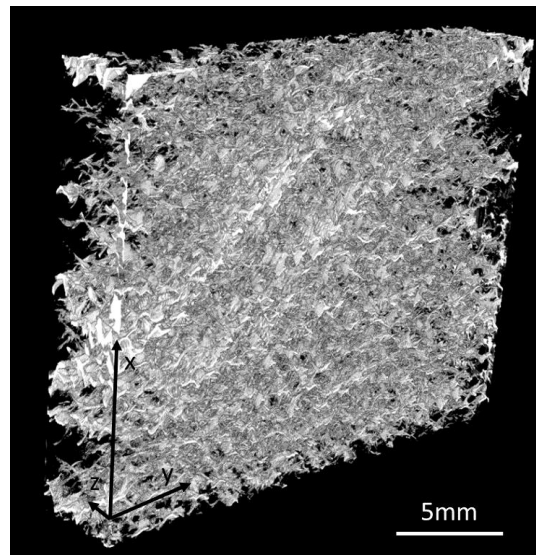


Fig. II.33 : Identification par segmentation de l'endommagement dans le volume d'étude (ROI) pour une éprouvette chanvre/époxy $[(\pm 45)]_7$ après rupture en fatigue en conditionnement Eau.

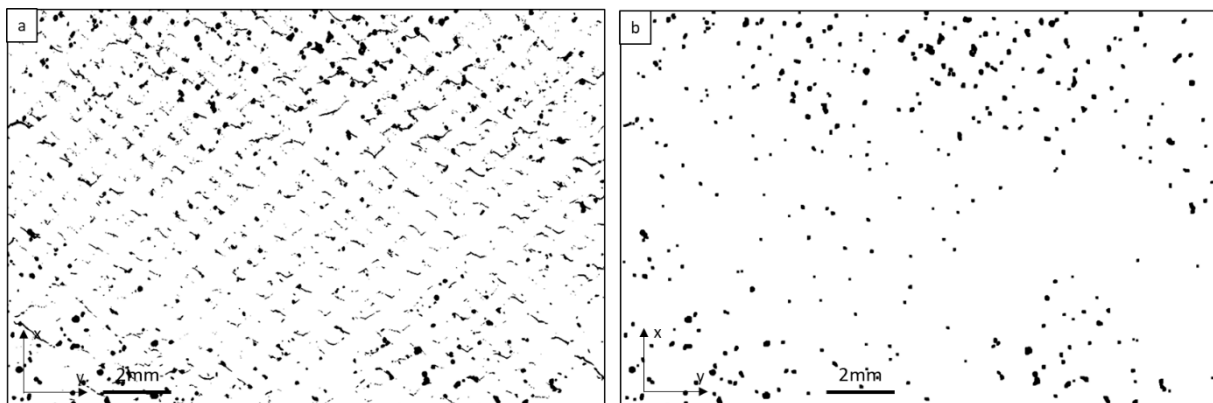


Fig. II.34 Exemple d'identification par segmentation des porosités en surface d'une plaque de composite. a) Image résultant de l'algorithme de Sauvola, permettant d'identifier les endommagements et les porosités. b) Même image après érosion et dilatation, permettant d'identifier les porosités uniquement.

Le taux volumique de porosité ainsi obtenu est ensuite retranché du taux volumique d'endommagement précédemment calculé, de manière à s'approcher au mieux du taux volumique réel d'endommagement dans l'éprouvette.

II.4.2.3. Essai de traction cyclée in situ

Un essai de traction dans le microtomographe a été réalisé en collaboration avec David Mellier sur une éprouvette de composite tissé chanvre/époxy $[(\pm 45)]_7$ en conditionnement Ambiant. Le dispositif de traction in situ est constitué d'un tube de plexiglas, avec à son sommet une cellule de charge et à sa base un dispositif de traction. Ce dispositif ne permettant pas de réguler

la vitesse de traction, les résultats ne sont donc pas comparables d'un point de vue quantitatif avec ceux obtenus sur les machines d'essai classiques. Par contre, il est possible, grâce à cet essai, de scanner l'éprouvette pendant qu'elle est maintenue à allongement constant (déplacement de la traverse bloqué), alors que toutes les autres analyses par microtomographie présentées dans cette thèse ont été réalisées après démontage des éprouvettes de la machine d'essai, donc sur des éprouvettes non chargées. L'objectif de cet essai est donc de voir si le fait d'analyser les microtomographies des éprouvettes après déchargement a un impact sur les résultats obtenus.

Pour cet essai *in situ*, les acquisitions ont été réalisées avec une résolution de 11 μm . Une éprouvette $[(\pm 45)]_7$ rectangulaire de dimensions 90mm*15mm a été sollicitée en traction avec des charges et décharges successives jusqu'à la rupture finale. Le cycle de chargement appliqué est décrit sur la figure II.35. Huit microtomographies ont été enregistrées au cours de cet essai : la n°1 a été effectuée sur l'éprouvette vierge, avant essai, les n°2, 4 et 6 ont été faites sous charge, les n°3, 5 et 7 ont été enregistrées après déchargement de l'éprouvette, et enfin la n°8 correspond à la microtomographie faite après rupture de l'éprouvette. Les valeurs des déformations indiquées sur la figure II-35 ont été mesurées directement sur les microtomographies obtenues pour chaque niveau de chargement, en déterminant l'évolution de la distance entre deux marqueurs naturels dans le matériau. Il s'agit donc des déformations matériau.

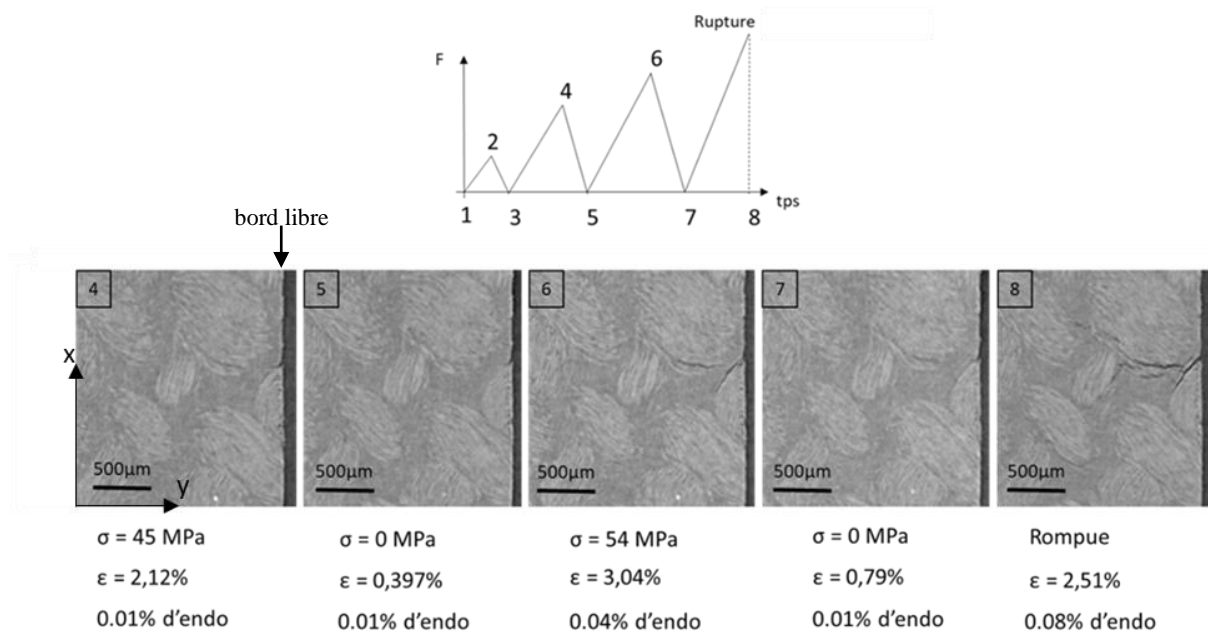


Fig. II.35 : Suivi d'une fissure lors de l'essai de traction cyclée dans le microtomographe d'une éprouvette chanvre/époxy $[(\pm 45)]_7$, en conditionnement Ambient.

Une fissure sur le bord libre du côté droit de l'éprouvette a été plus particulièrement suivie (Fig. II.35). Elle n'est pas visible avant la microtomographie n°4, effectuée pour un niveau de chargement de 45MPa. Après déchargement, sur le cliché n°5, elle disparaît. Puis, pour une contrainte appliquée de 54MPa, elle ré-apparaît et s'est même développée. Sur le cliché n°7, effectué après déchargement, cette fissure s'est refermée et est beaucoup moins visible. Enfin, sur le cliché n°8, après rupture de l'éprouvette, on voit nettement que cette fissure s'est propagée et élargie. Ces images montrent que les taux volumiques d'endommagement déterminés par analyse des microtomographies doivent être considérés avec précaution. Non seulement ils dépendent de la méthode de segmentation choisie, aussi reproductible soit elle, mais ils dépendent également de la résolution des images et de l'ouverture des fissures. En effet, lorsque l'éprouvette est déchargée, les fissures ont tendance à se refermer, et si leur ouverture devient inférieure à la résolution de l'image (c'est-à-dire à la taille du voxel), alors la fissure ne sera plus visible. Tous les taux volumiques d'endommagement présentés dans la suite sont donc comparables entre eux car obtenus strictement dans les mêmes conditions, mais ne doivent pas être considérés comme des grandeurs absolues.

Bilan Chapitre II

Le matériau étudié est un composite constitué de sept plis de tissu de chanvre de production européenne et d'une résine époxy Epolam 2020. La fabrication des plaques de composites a été réalisée au laboratoire par infusion sous vide. Le ratio d'accélérateur dans la résine a été optimisé pour assurer un taux de réticulation maximal. La température de transition vitreuse moyenne des échantillons obtenus est de 89 ± 2 °C. Le taux volumique de renfort mesuré dans les plaques est de $40 \pm 2,4$ %, avec un taux de porosité inférieur à 3 %. Les éprouvettes ont été découpées suivant trois orientations différentes : $[(0/90)]_7$, $[(90/0)]_7$ et $[(\pm 45)]_7$.

Un moule spécifique a été conçu et développé pour réaliser par coulée des éprouvettes monofilamentaires avec un fil de chanvre placé longitudinalement au milieu de la résine. Le même ratio d'accélérateur et le même cycle de cuisson que pour les composites tissés ont été appliqués ; on obtient également $T_g = 89 \pm 2$ °C.

Quatre conditionnements différents ont été mis en place : Ambient, Eau, RH95 et Séché avec chacun ses conditions de stockage et ses conditions d'essais mécaniques.

Des essais de traction ont été réalisés sur les éprouvettes de composite tissé, de composite monofilamentaire, de résine seule et de fils de chanvre seuls. Les éprouvettes de composite tissé ont aussi été testées en fatigue. Des analyses in situ par émission acoustique et post-mortem par MEB et microtomographie ont été réalisées.

Une méthode de dépouillement des émissions acoustiques avec classification par algorithme non-supervisé a été mise en œuvre, ainsi qu'une méthodologie de segmentation des images de microtomographie en vue de quantifier l'endommagement de manière répétable.

Chapitre III :

Étude multi-échelle de la sensibilité à l'eau

Dans ce chapitre sont présentés les effets du vieillissement hydrique sur les constituants du composite, fil, résine et interface fil/résine, et sur le composite tissé en traction quasistatique.

III.1. Effet de l'humidité à l'échelle du composite tissé

III.1.1. Suivi gravimétrique et hygroscopique

Dans cette partie, un suivi de l'influence du vieillissement hydrique sur la masse et la géométrie des éprouvettes de composite tissé chanvre/époxy est réalisé.

III.1.1.1. Courbes d'absorption d'eau

La première étape de l'étude des effets du vieillissement hydrique sur les composites est le suivi gravimétrique d'éprouvettes immergées dans l'eau. Le suivi de prise de masse a été réalisé par pesées successives à l'aide d'une balance Sartorius RC210D (avec une précision de 0,01 mg) après différents temps d'immersion. La variation de masse relative a été calculée à l'aide de l'Eq. I.1.

Afin de pouvoir comparer les courbes d'absorption d'eau pour différentes éprouvettes, l'axe des abscisses a été normé par l'épaisseur des échantillons, et l'axe des ordonnées par le taux volumique de fibres. La figure III.1.a permet ainsi de comparer la prise en eau de quatre éprouvettes tissées chanvre/époxy [(0/90)]₇, et la figure III.1.b compare cinq éprouvettes [(±45)]₇. On observe sur ces figures une relativement faible dispersion des courbes obtenues, probablement liée à l'origine naturelle et donc à la très grande variabilité des fibres de chanvre. Cela permet de vérifier la bonne reproductibilité de la méthode de suivi d'absorption d'eau utilisée. Certains échantillons ont été suivis pendant deux ans.

Un autre type de vieillissement hydrique a également été réalisé, avec un maintien des échantillons en atmosphère saturée en humidité à RH 95 ± 2% et 21 ± 1°C. La Figure III.2 permet de comparer la prise relative de masse pour des éprouvettes de composites immergées dans l'eau ou conditionnées à RH95. On constate, comme attendu, que l'immersion dans l'eau est beaucoup plus critique que le conditionnement à RH95, avec une cinétique d'absorption d'eau plus élevée et une prise de masse à saturation plus importante, quelle que soit l'orientation. De plus, ces résultats montrent que la durée de vieillissement pour atteindre la saturation de prise en eau est identique dans tous les cas : 90 jours. Tous les essais mécaniques (traction et fatigue) seront donc réalisés sur des éprouvettes vieilles plus de 90 jours.

Pour toutes les éprouvettes testées, la loi de Fick a pu être appliquée. La loi simplifiée proposée par Shen et Springer (Shen and Springer, 1976) a été utilisée (Eq. I.4 et I.5). Un exemple de comparaison entre une courbe expérimentale de variation de masse et une courbe obtenue par la loi de Fick est présenté sur la figure III.3 pour un composite tissé chanvre/époxy [(0/90)]₇ immergé dans l'eau.

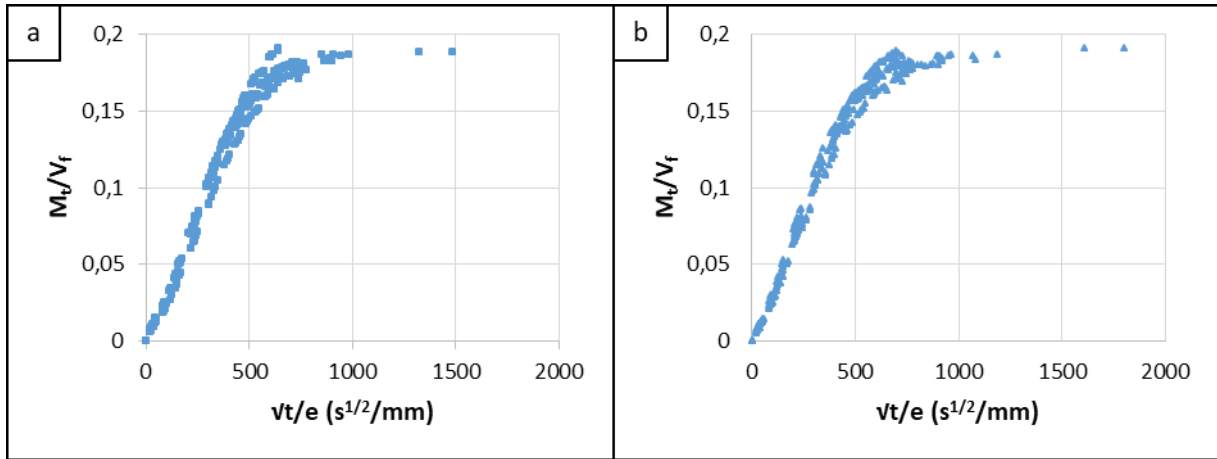


Fig. III.1 : Vérification de la reproductibilité du suivi gravimétrique au cours du vieillissement hydrique par immersion dans l'eau pour des éprouvettes de composite tissé chanvre/époxy a) $[(0/90)]_7$ et b) $[(\pm 45)]_7$.

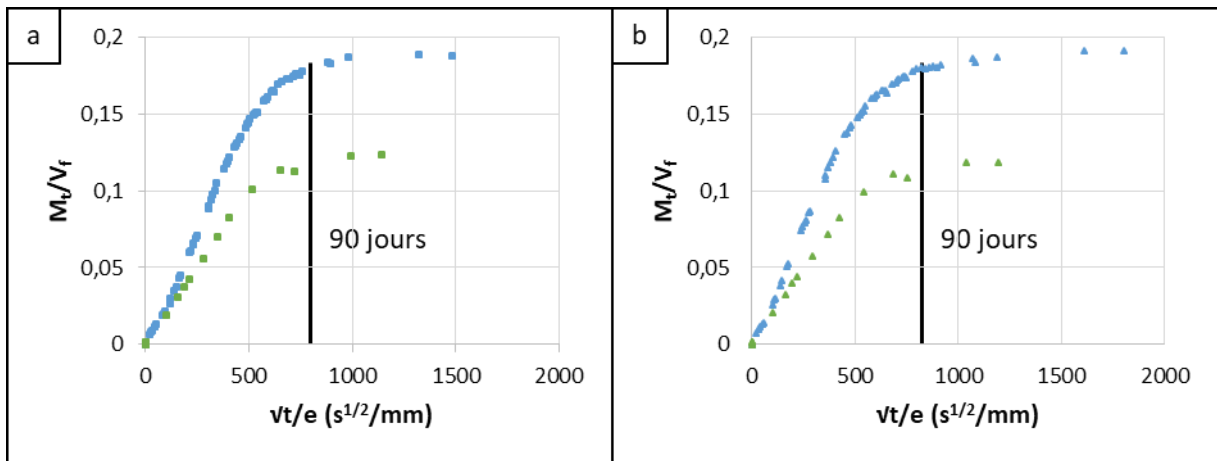


Fig. III.2 : Influence du type de conditionnement sur la prise de masse, en bleu pour l'immersion dans l'eau et en vert pour le maintien à RH95, d'éprouvettes de composite tissé chanvre/époxy a) $[(0/90)]_7$ et b) $[(\pm 45)]_7$.

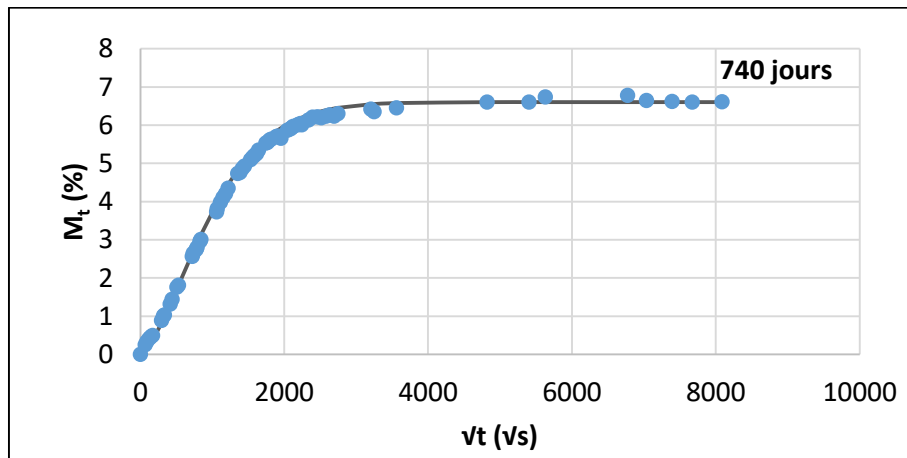


Fig. III.3 : Exemple de comparaison entre la courbe expérimentale et la courbe obtenue par la loi de Fick pour une éprouvette de composite tissé chanvre/époxy $[(0/90)]_7$ immergée dans l'eau.

Ce modèle de diffusion 1D décrit parfaitement le comportement d'absorption d'eau du composite chanvre/époxy étudié.

A partir de la loi de Fick associée à chaque éprouvette ayant subi un vieillissement hydrique, il est possible de déterminer le coefficient de diffusion et la prise en eau à saturation pour chaque configuration (Tab.III.1).

Type de vieillissement hydrique	Orientation	Coefficient de diffusion ($10^{-7} \text{ mm}^2/\text{s}$)	Prise en masse relative à saturation (%)
Immersion dans l'eau	$[(0/90)]_7$	$6,2 \pm 0,7$	$6,25 \pm 0,05$
	$[(\pm 45)]_7$	$7,7 \pm 0,8$	$6,3 \pm 0,3$
RH95	$[(0/90)]_7$	5,08	4,12
	$[(\pm 45)]_7$	5,22	4,12

Tab. III.1 : Coefficients de la loi de Fick déterminés pour les deux types de vieillissement hydrique et les deux orientations du composite tissé chanvre/époxy (valeurs déterminées pour un seul échantillon pour le RH95).

On retrouve le fait que le conditionnement à RH95 est moins critique que celui par immersion dans l'eau, avec des valeurs de coefficient de diffusion et de prise en masse à saturation plus faibles. On notera que la prise en masse à saturation ne dépend pas de l'orientation du composite, les valeurs étant identiques pour les $[(\pm 45)]_7$ et les $[(0/90)]_7$ quel que soit le type de vieillissement hydrique. Cela s'explique par le fait que toutes les éprouvettes sont constituées des mêmes proportions de fibres et de matrice, elles atteignent donc la même valeur à saturation. Le coefficient de diffusion quant à lui est légèrement plus élevé pour l'orientation $[(\pm 45)]_7$ que pour l'orientation $[(0/90)]_7$, pour les deux vieillissements. Cette différence est sans doute à relier à la différence de section des fibres sur les bords des échantillons. En effet, dans les éco-composites, ce sont les renforts qui absorbent le plus d'eau lors du vieillissement, et la diffusion commence par une absorption sur les tranches des échantillons. Or la section des renforts est $\sqrt{2}$ fois plus élevée si le renfort est coupé à 45° au lieu de 90° . Cela pourrait expliquer les valeurs plus élevées des coefficients de diffusion pour les éprouvettes $[(\pm 45)]_7$ par rapport aux éprouvettes $[(0/90)]_7$.

III.1.1.2. Durée de séchage

Après avoir déterminé la durée d'immersion dans l'eau permettant d'atteindre la saturation, les conditions de séchage restent à définir, en termes de durée et de température. Pour cela, un suivi par émission acoustique de quatre éprouvettes des deux orientations $[(\pm 45)]_7$ et $[(0/90)]_7$ a été effectué pendant leur immersion dans l'eau et leur séchage. La température de séchage a été fixée à 40°C, afin de rester loin de la T_g du composite, T_g qui diminue lors d'un vieillissement hydrique à cause de l'effet plastifiant de l'eau sur la matrice polymère (Perrier, 2016). Les résultats du suivi acoustique sont présentés sur la figure III.4 pour une éprouvette de chaque orientation. La figure III.4.a présente l'activité acoustique d'une éprouvette $[(0/90)]_7$ depuis son immersion dans l'eau jusqu'à sa rupture en fatigue pour une contrainte appliquée de 0,4 fois la contrainte maximale en traction. La figure III.4.b suit une éprouvette $[(\pm 45)]_7$ depuis son immersion dans l'eau jusqu'à sa rupture en fatigue à une contrainte maximale de 60% de la contrainte à rupture en quasistatique. On constate que, quelle que soit l'orientation, aucune activité acoustique n'a été décelée pendant l'immersion dans l'eau, alors que les tests par cassés de mine étaient bien enregistrés. Cela indique donc qu'aucun endommagement ne se produit pendant l'immersion dans l'eau. Par contre, dès la mise en étuve à 40°C, une activité acoustique a été enregistrée. Les événements enregistrés étaient de relativement faible amplitude, un peu moins nombreux pour l'éprouvette $[(\pm 45)]_7$ que pour l'éprouvette $[(0/90)]_7$. Cette activité acoustique témoigne de l'endommagement qui apparaît lors de la désorption d'eau. Elle est maximale durant les premières heures puis s'atténue après les six premières heures en étuve. Le critère qui a été choisi pour déterminer la durée du séchage à 40°C est le temps au bout duquel plus aucune activité acoustique n'était enregistrée. La durée de séchage choisie a donc été de 48h (Fig. III.4).

L'endommagement enregistré durant le séchage est d'une amplitude relativement faible, ce qui correspond à un endommagement matriciel voire de décohésion à l'interface. Cela est dû à la différence des coefficients de dilatation hygroscopique du renfort et de la matrice. En effet, lors du séchage, le chanvre va se rétracter davantage que la résine époxy, ce qui va entraîner des endommagements aux interfaces et dans la matrice.

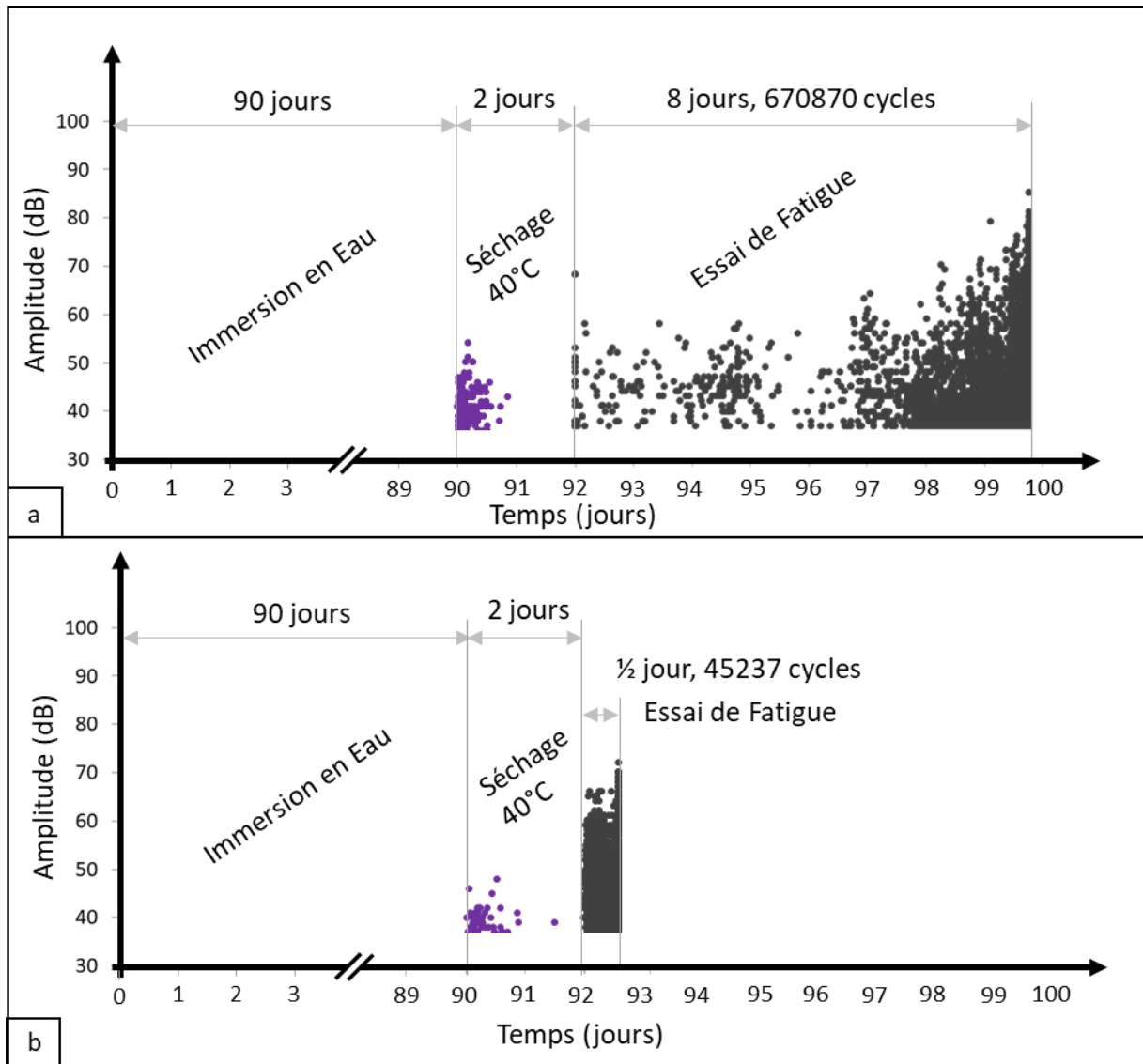


Fig. III.4 : Suivi acoustique pendant l'immersion dans l'eau, le séchage en étuve puis l'essai de fatigue de deux éprouvettes de composite tissé chanvre/époxy a) $[(0/90)]_7$ à $\sigma_{max} = 0,4\sigma_{rupt}$ et b) $[(\pm 45)]_7$ à $\sigma_{max} = 0,6\sigma_{rupt}$.

III.1.1.3. Gonflement hygroscopique

L'épaisseur des éprouvettes de composite tissé chanvre/époxy a été mesurée avant et après le vieillissement par immersion dans l'eau, et après le séchage de 48h à 40°C. Ces mesures ont permis de déterminer le coefficient de gonflement (ou d'expansion) hygroscopique β_h selon la formule suivante (Eq. III.1) :

$$\beta_h = \frac{M_t}{\varepsilon_h} \quad \text{Eq. III.1}$$

avec :

M_t la variation relative de masse par absorption d'eau,

ε_h la déformation hygroscopique dans l'épaisseur, $\varepsilon_h = \frac{e_t - e_i}{e_i}$; avec e_t l'épaisseur à l'instant t et e_i l'épaisseur initiale.

Les résultats obtenus sont présentés sur la figure III.5 pour les deux orientations de composite : $[(\pm 45)]_7$ et $[(0/90)]_7$. On observe que le coefficient de gonflement hygroscopique après saturation en eau est le même pour les deux orientations, avec une valeur moyenne de $0,8 \pm 0,1$. Il est logique que le gonflement dans l'épaisseur ne dépende pas de l'orientation des fibres puisqu'il est dû essentiellement à l'augmentation du diamètre des fibres de chanvre. Cette valeur est voisine de celle obtenue pour un composite quasi-unidirectionnel lin/époxy dans les travaux de Abida et al. (Abida et al., 2019) : ils avaient déterminé un coefficient de gonflement hygroscopique de $0,89 \pm 0,05$.

Après le séchage des éprouvettes pendant 48h à 40°C, on constate qu'il subsiste une petite teneur en eau résiduelle d'environ 0,5% (Fig. III.5). La déformation résiduelle dans l'épaisseur est à nouveau identique pour les deux orientations et voisine de 2,2 %. Le gonflement hygroscopique résiduel correspondant est donc de $0,65 \pm 0,2$. Cette diminution de l'épaisseur du composite lors du séchage est principalement due à la diminution du diamètre des fibres de chanvre. Ce phénomène de retrait des fibres au séchage est à l'origine de l'endommagement enregistré par émission acoustique lors du séchage (Fig. III.4).

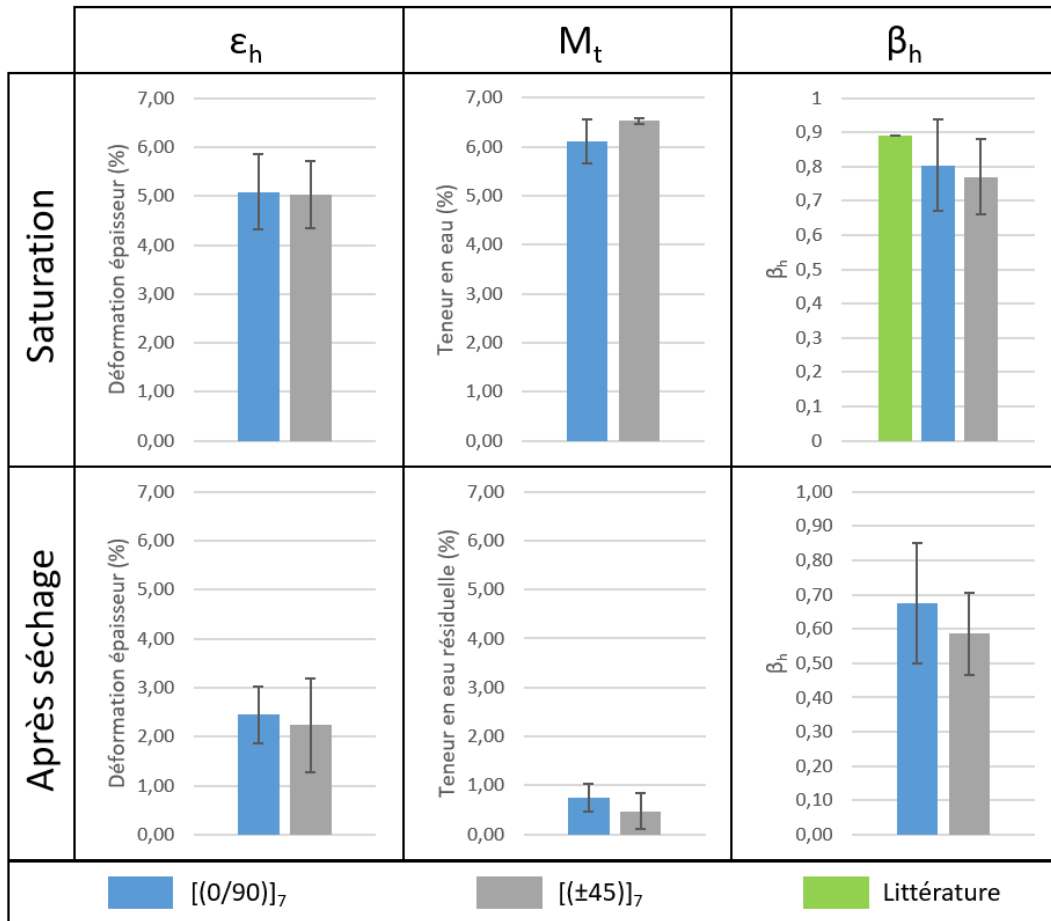


Figure III.5 : Mesures des déformations hygroscopiques ϵ_h et des variations relatives de masse M_t , et valeurs calculées du coefficient hygroscopique β_h , à saturation et après séchage, pour les deux orientations $[(\pm 45)]_7$ et $[(0/90)]_7$. Comparaison avec la littérature d'après les travaux d'Abida et al. (Abida et al., 2019).

Afin de prendre en compte ces variations dimensionnelles, les mesures des sections des éprouvettes pour déterminer les contraintes appliquées seront effectuées juste avant chaque essai mécanique.

III.1.2. Conséquences sur le comportement en traction quasistatique

Dans cette partie, l'influence des vieillissements hydriques sur le comportement mécanique en traction quasistatique des éprouvettes de composite tissé chanvre/époxy est investiguée.

III.1.2.1. Étude des grandeurs mécaniques

III.1.2.1.1. Comparaison pour les trois orientations

Des essais de traction quasistatique ont été réalisés suivant les trois orientations : $[(\pm 45)]_7$, $[(90/0)]_7$ et $[(0/90)]_7$, et les quatre conditionnements : Ambient, Eau, RH95 et Séché. Les résultats

obtenus pour le conditionnement Ambient sont présentés sur la figure III.6. On retrouve sur ces courbes la forte anisotropie du composite : les éprouvettes $[(0/90)]_7$ ont une rigidité et une contrainte à rupture plus élevées ainsi qu'un allongement à rupture plus faible que les éprouvettes $[(90/0)]_7$, qui elles-mêmes ont une rigidité et une contrainte à rupture plus élevées et un allongement à rupture plus faible que les éprouvettes $[(\pm 45)]_7$. Cela s'explique par le fait que la direction 0° correspond à la direction chaîne, et donc aux fils pré-tendus lors du tissage, alors que la direction 90° correspond à la direction trame. Même si le tissu est équilibré (autant de fils de chaîne que de fils de trame par unité de longueur), la rigidité va donc être plus élevée dans la direction 0° que dans la direction 90° . Pour l'orientation à $\pm 45^\circ$, le mode de sollicitation est complètement différent, avec surtout du cisaillement et un rôle prédominant de la matrice et des interfaces renfort/matrice, ce qui explique le comportement en traction moins rigide et plus ductile que pour les orientations $[(90/0)]_7$ et $[(0/90)]_7$.

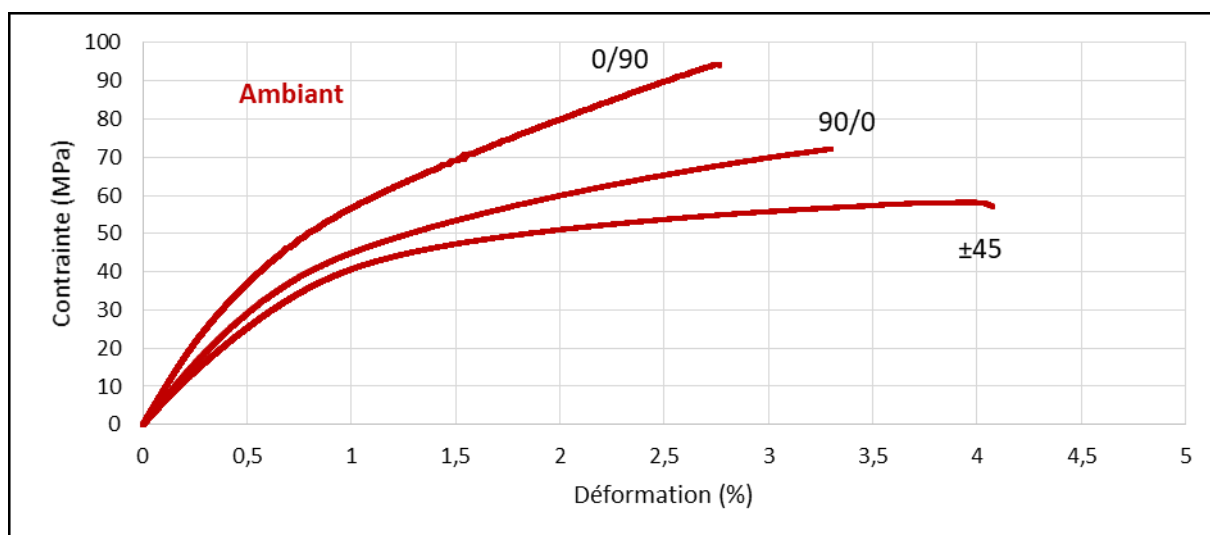


Fig. III.6 : Courbes de traction obtenues sur le composite tissé chanvre/époxy en conditionnement Ambient, pour les trois orientations : $[(\pm 45)]_7$, $[(90/0)]_7$ et $[(0/90)]_7$.

L'influence du conditionnement sur le comportement en quasistatique du composite pour les trois orientations est présentée sur la figure III.7. L'orientation $[(90/0)]_7$ n'a pas été testée en conditionnement Séché.

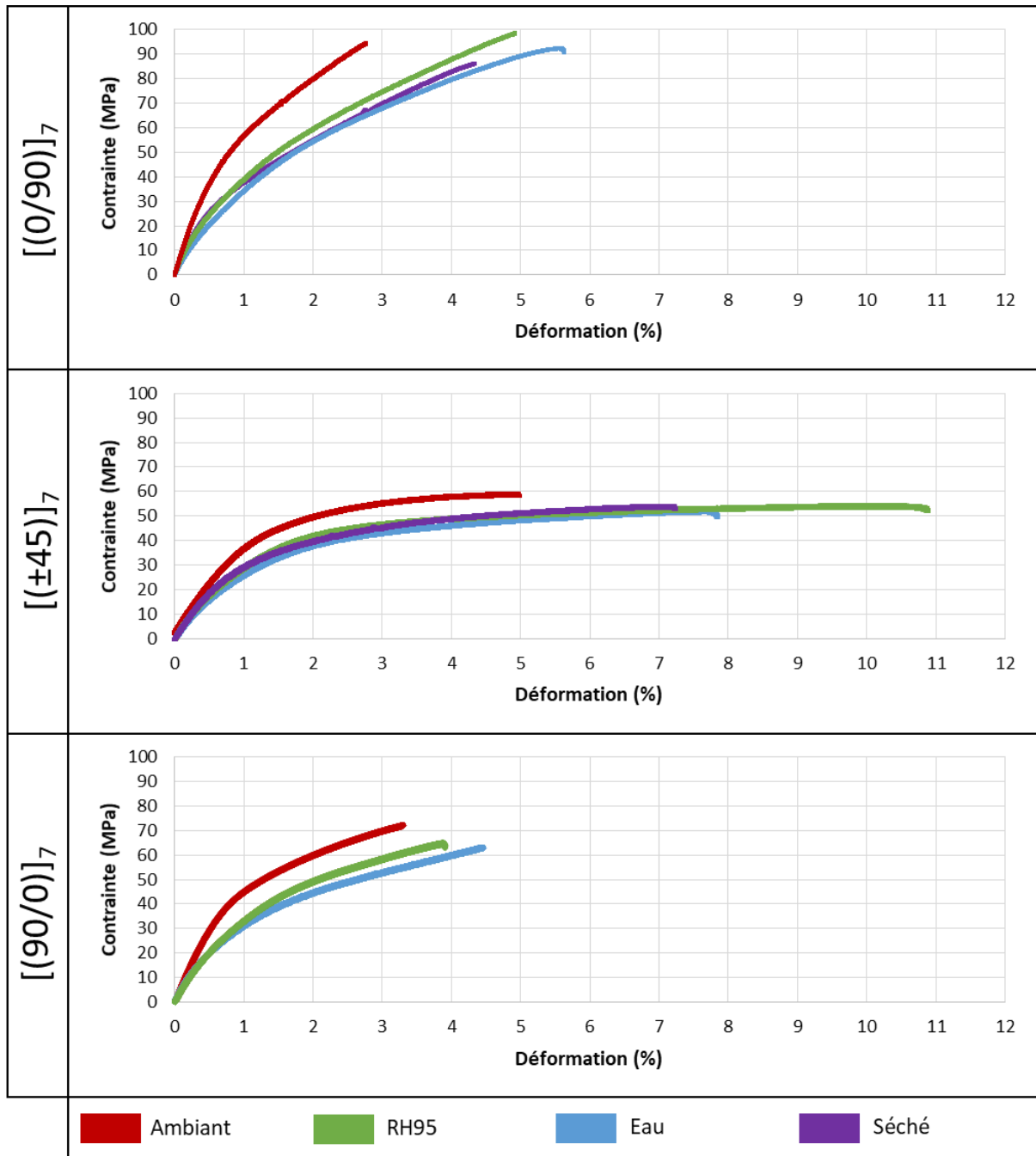


Fig. III.7 : Courbes de traction obtenues sur le composite tissé chanvre/époxy pour les différents conditionnements, pour chaque orientation : $[(0/90)]_7$, $[(\pm 45)]_7$ et $[(90/0)]_7$.

Une synthèse de l'influence du conditionnement sur les grandeurs mécaniques en traction pour les trois orientations est présentée sur la figure III.8.

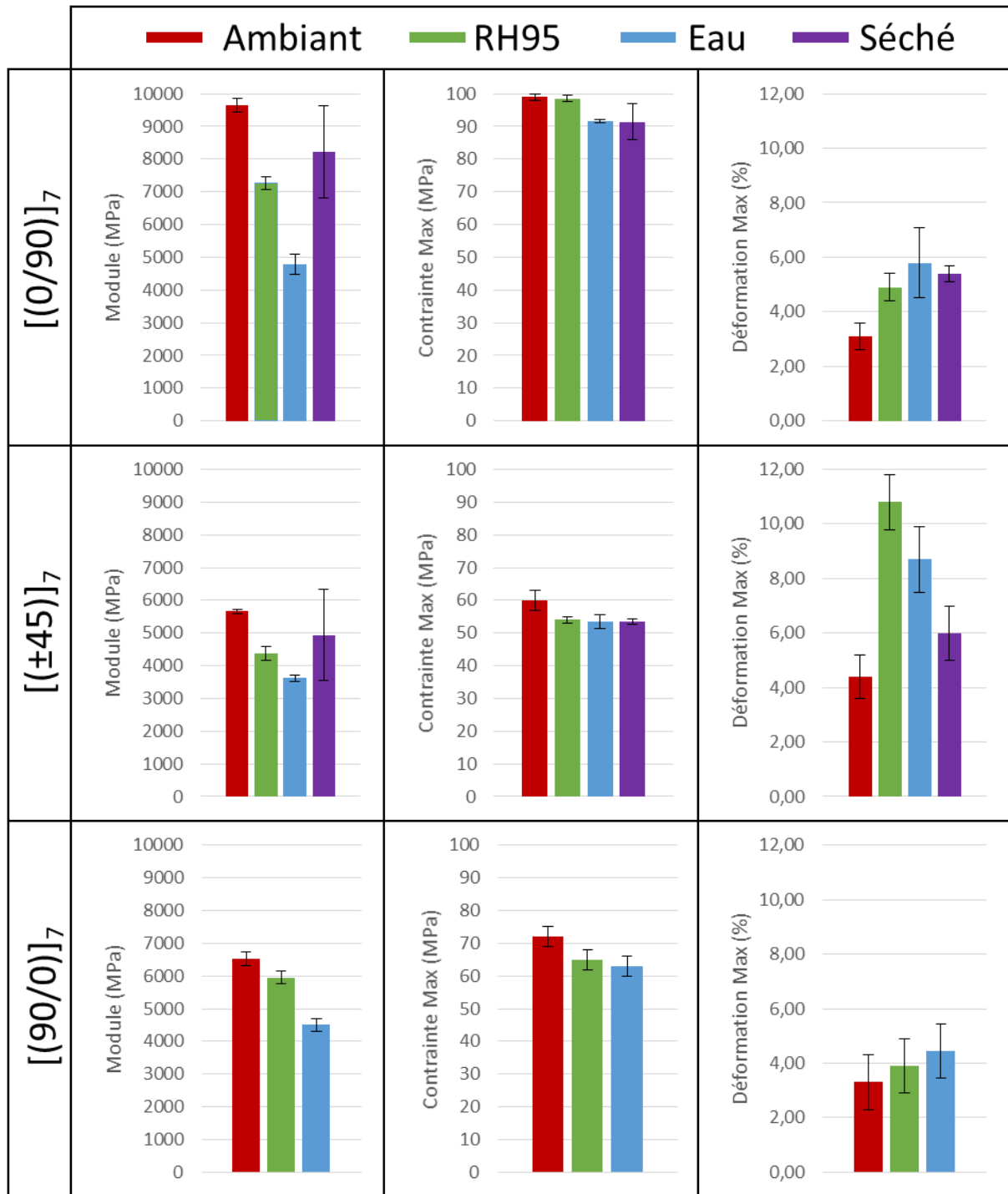


Figure III.8 : Comparaison des grandeurs mécaniques en traction quasistatique : module d'Young, contrainte à rupture et déformation à rupture, selon les différents conditionnements pour les trois orientations : $[(0/90)]_7$, $[(±45)]_7$ et $[(90/0)]_7$.

On constate sur la figure III.8 que les différents conditionnements influencent de la même manière le comportement mécanique en traction des trois orientations : $[(0/90)]_7$, $[(±45)]_7$ et $[(90/0)]_7$. Le conditionnement RH95 engendre une diminution de module, une augmentation de la déformation à rupture, ainsi qu'une légère baisse de la contrainte à rupture. Le conditionnement

Eau mène aux mêmes évolutions que le conditionnement RH95 mais globalement en plus prononcé, ce qui s'explique par une prise en eau plus importante. Le conditionnement Eau est ainsi plus critique d'un point de vue mécanique que le conditionnement RH95, et ce sera donc celui qui sera étudié par la suite.

En ce qui concerne le conditionnement Séché, la figure III.8 montre qu'il permet d'améliorer le module par rapport aux conditionnements Eau et RH95, mais sans toutefois retrouver les valeurs du conditionnement Ambient.

Dans la suite de l'étude, on se focalisera sur les orientations $[(0/90)]_7$ et $[(\pm 45)]_7$ qui sont les deux orientations extrémales, avec une sollicitation suivant le fil de chaîne pour l'orientation $[(0/90)]_7$ et une sollicitation en cisaillement pour l'orientation $[(\pm 45)]_7$.

III.1.2.1.2. Choix des niveaux de fatigue

Les essais de traction nous ont également permis de déterminer les niveaux de chargement à appliquer en fatigue pour chaque orientation : $[(0/90)]_7$ et $[(\pm 45)]_7$. Le niveau le plus faible a été choisi égal à $0,4 \sigma_{rupt}$ pour $[(0/90)]_7$ et $0,6 \sigma_{rupt}$ pour $[(\pm 45)]_7$, le niveau de fatigue intermédiaire à $0,6 \sigma_{rupt}$ pour $[(0/90)]_7$ et $0,75 \sigma_{rupt}$ pour $[(\pm 45)]_7$ et enfin le niveau le plus élevé a été pris égal à $0,8 \sigma_{rupt}$ pour $[(0/90)]_7$ et $0,9 \sigma_{rupt}$ pour $[(\pm 45)]_7$ (Fig. III.9).

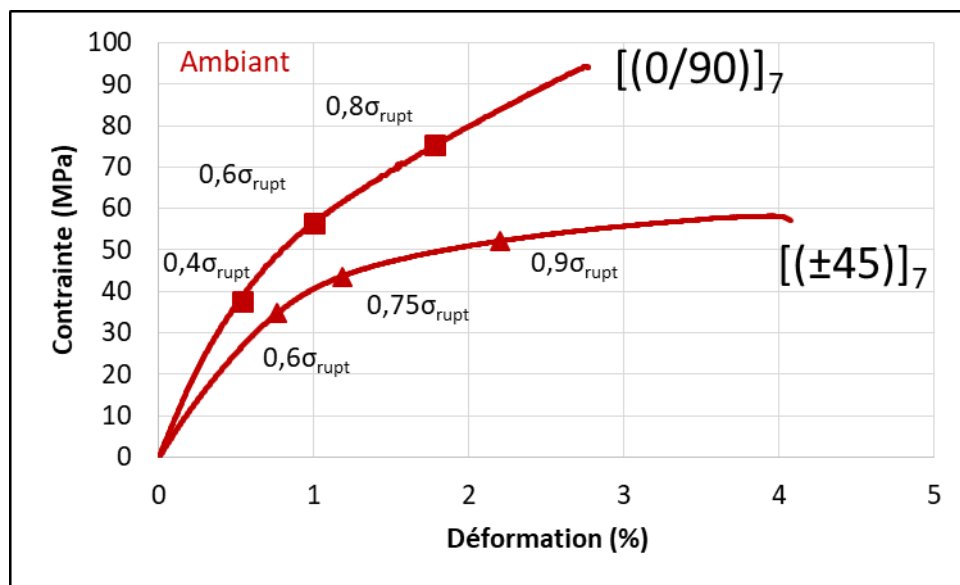


Fig. III.9 : Choix des niveaux de contrainte maximale appliquée en fatigue pour les orientations $[(0/90)]_7$ et $[(\pm 45)]_7$.

III.1.2.1.3. Influence de la vitesse de traction

Au cours des essais de fatigue, la vitesse de déformation du matériau varie en fonction du niveau de charge appliquée et de l'avancée de l'essai. Dans le tableau III.2 sont présentées les vitesses de déplacement de la traverse calculées à partir des positions extrémales pour les deux orientations $[(0/90)]_7$ et $[(\pm 45)]_7$ en conditionnement Ambient. On constate que cette vitesse varie de 69 à 207 mm/min. Or les essais de traction quasistatique ont été effectués avec un déplacement de traverse de 0,5 mm/min. Pour évaluer l'effet de ces variations de vitesse sur le comportement en traction de notre composite, des essais à 200 mm/min ont donc été également réalisés (Fig. III.10).

Essai de fatigue en conditionnement Ambient	N/N _f	Vitesse calculée de la traverse (mm/min)
$[(0/90)]_7$ à $\sigma_{\max}=0,8 \sigma_{\text{rupt}}$	10%	187
	90%	195
$[(0/90)]_7$ à $\sigma_{\max}=0,6 \sigma_{\text{rupt}}$	10%	129
	90%	140
$[(0/90)]_7$ à $\sigma_{\max}=0,4 \sigma_{\text{rupt}}$	10%	69
	90%	72
$[(\pm 45)]_7$ à $\sigma_{\max}=0,9 \sigma_{\text{rupt}}$	10%	158
	90%	207
$[(\pm 45)]_7$ à $\sigma_{\max}=0,75 \sigma_{\text{rupt}}$	10%	117
	90%	147
$[(\pm 45)]_7$ à $\sigma_{\max}=0,6 \sigma_{\text{rupt}}$	10%	84
	90%	94

Tab III.2 : Valeurs des vitesses maximales de déplacement de la traverse lors des essais de fatigue en conditionnement Ambient sur le composite tissé chanvre/époxy pour les deux orientations $[(0/90)]_7$ et $[(\pm 45)]_7$ à 10% et 90% du nombre de cycles à rupture.

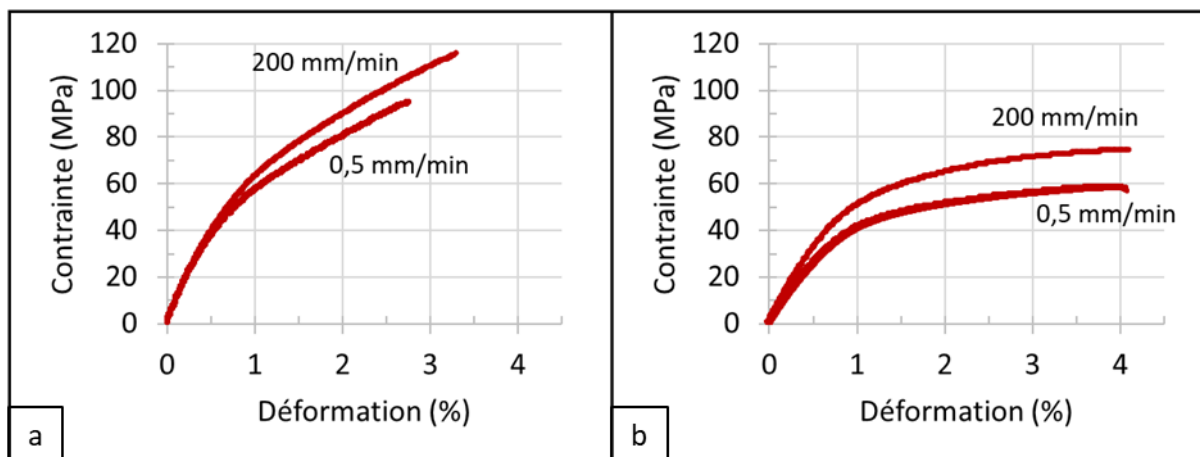


Fig III.10 : Influence de la vitesse de déplacement de la traverse sur le comportement en traction quasistatique du composite tissé chanvre/époxy en conditionnement Ambient pour les deux orientations : a) $[(0/90)]_7$ et b) $[(\pm 45)]_7$.

La figure III.10 montre que, pour les deux orientations, l'augmentation de la vitesse de traverse de 0,5 à 200 mm/min ne modifie pas l'allure de la courbe de traction. La comparaison des grandeurs mécaniques (Tab.III.3) montre que les valeurs de contrainte à rupture sont légèrement augmentées. Finalement, sur les courbes de Wölher, on considèrera donc les valeurs de contrainte à rupture obtenues à 0,5 mm/min comme ordonnées à l'origine des graphes.

	Vitesse d'essai (mm/min)	Module (MPa)	Contrainte à rupture (MPa)	Déformation à rupture (%)
$[(0/90)]_7$	0,5	9648 ± 200	98 ± 2	$3,1 \pm 1,0$
	200	8928	115	3,3
$[(\pm 45)]_7$	0,5	5668 ± 64	60 ± 3	$4,4 \pm 0,8$
	200	7111	74	4,1

Tab.III.3 : Influence de la vitesse sur les grandeurs mécaniques en traction pour les deux orientations en conditionnement Ambient.

III.1.2.2. Analyse des endommagements

Les endommagements créés lors des essais de traction sur les éprouvettes de composite tissé chanvre/époxy pour les deux orientations $[(0/90)]_7$ et $[(\pm 45)]_7$, et avec les trois

conditionnements Ambient, Eau et Séché, ont été analysés par émission acoustique, MEB et microtomographie.

III.1.2.2.1. Suivi in situ par émission acoustique

Le suivi de l'endommagement a été effectué pendant les essais de traction par émission acoustique. La première étape a consisté à déterminer la vitesse de propagation des ondes sonores dans la direction longitudinale des éprouvettes, pour chaque orientation et conditionnement (Tab. III.4).

Orientation	Conditionnement	Vitesse (10^3 m/s)
[(0/90)] ₇	Ambiant	2,6 ± 0,1
	RH95	2,2 ± 0,1
	Eau	2,1 ± 0,2
	Séché	2,6 ± 0,1
[(±45)] ₇	Ambiant	2,3 ± 0,1
	RH95	1,8 ± 0,1
	Eau	1,4 ± 0,2
	Séché	2,3 ± 0,1

Tab. III.4 : Vitesses de propagation des ondes sonores mesurées dans la direction longitudinale des éprouvettes pour le composite chanvre/époxy suivant l'orientation et le conditionnement.

La vitesse de propagation des ondes sonores dans le composite dépend à la fois de l'orientation des renforts et du conditionnement des éprouvettes. Pour les deux orientations, la vitesse mesurée est maximale pour le conditionnement Ambient, intermédiaire pour le conditionnement RH95 et minimale pour le conditionnement Eau. De plus, après séchage, on retrouve les valeurs de vitesse du conditionnement Ambient. Ces résultats montrent le lien direct entre la teneur en eau du composite et la vitesse de propagation des ondes acoustiques. D'autre part, quel que soit le conditionnement, on constate que l'orientation [(0/90)]₇ a des vitesses de propagation plus élevées que l'orientation [(±45)]₇. Cette différence s'explique par le fait que, dans le [(0/90)]₇, il y a des fils de chanvre parallèles à la direction de propagation des ondes sonores, ce qui favorise cette propagation. On remarquera également que l'orientation [(±45)]₇ présente une

plus grande sensibilité au vieillissement hydrique en terme de vitesse de propagation des ondes acoustiques que l'orientation $[(0/90)]_7$ (Tab. III.4).

Connaissant la vitesse de propagation des ondes acoustiques dans chaque éprouvette, il a été possible de localiser les événements acoustiques le long de la zone utile pendant les essais de traction. La figure III.11 présente par exemple les résultats obtenus lors d'un essai de traction sur une éprouvette $[(\pm 45)]_7$ en conditionnement Ambient. On observe que la plus haute densité d'événements acoustiques est localisée dans la zone où l'éprouvette va finalement rompre, avec notamment des événements de forte amplitude qui témoignent de ruptures de fibres.

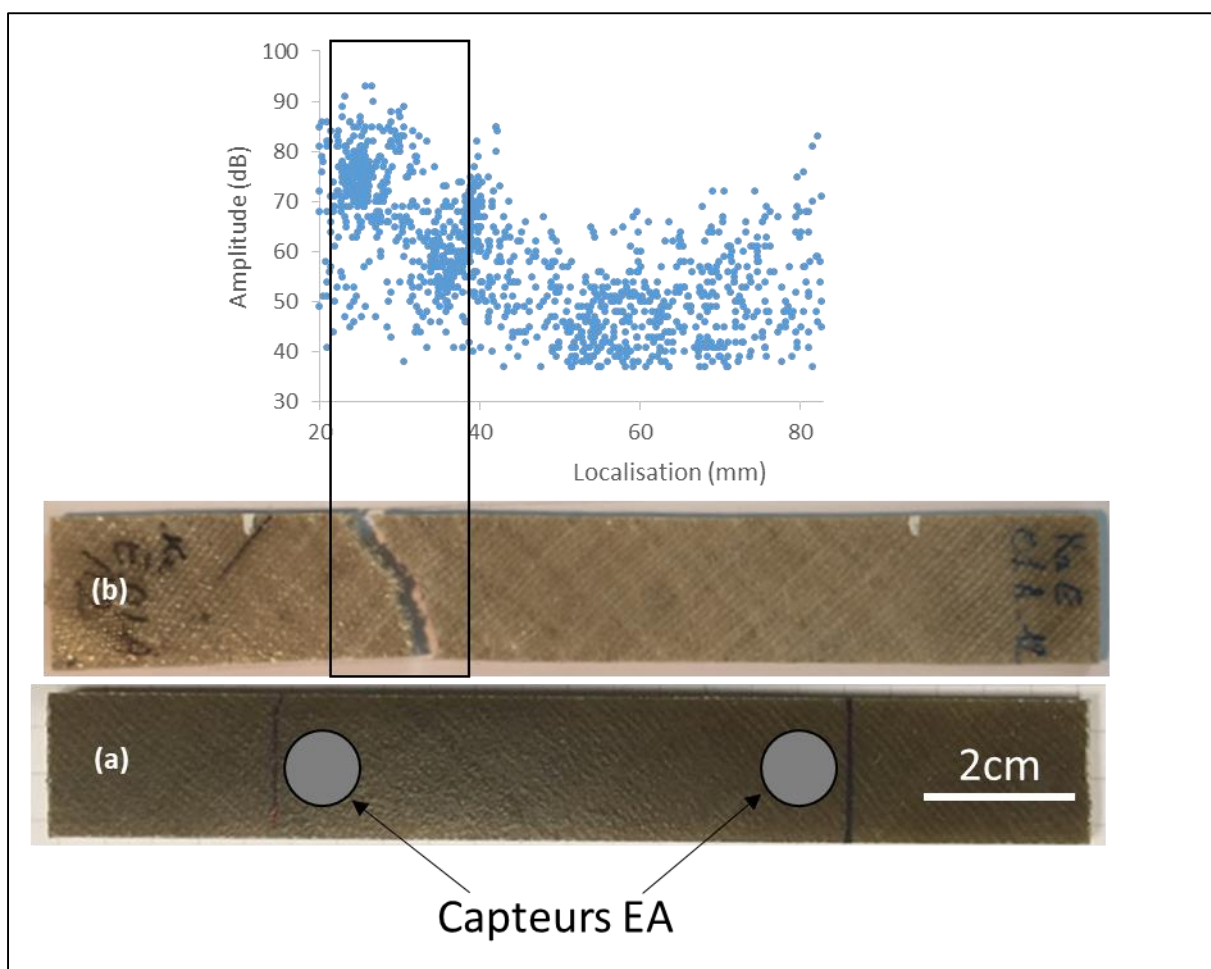


Fig. III.11 : Éprouvette de composite tissé chanvre/époxy $[(\pm 45)]_7$ en conditionnement Ambient : a) avant essai de traction, b) après essai de traction, et localisation des événements acoustiques durant l'essai de traction.

La comparaison des clichés avant et après traction sur la Figure III.11 montre également le blanchiment de l'éprouvette dû aux endommagements ainsi que sa déformation résiduelle après rupture.

Une analyse globale des résultats d'émission acoustique enregistrés lors des essais de traction pour les deux orientations et les trois conditionnements a tout d'abord été effectuée. La figure III.12 permet de comparer l'évolution du nombre cumulé d'évènements acoustiques avec la courbe de contrainte-déformation.

Pour les deux orientations $[(0/90)]_7$ et $[(\pm 45)]_7$, on observe une cinétique des endommagements et un nombre final d'évènements acoustiques beaucoup plus faibles en conditionnement Eau qu'en conditionnement Ambient. En conditionnement Séché, on retrouve une cinétique en deux temps comme pour le conditionnement Ambient, mais avec un démarrage plus tardif et un nombre final d'EA plus important. Afin de pouvoir comparer les évolutions d'EA, le seuil d'endommagement est ici fixé à 5 % du nombre total d'évènements acoustiques. Pour les éprouvettes $[(0/90)]_7$, on constate que ce seuil est atteint pour une déformation de 1,8 % en conditionnements Ambient et Eau, et pour une déformation de 2,9 % en conditionnement Séché (Fig. III.12.a,c,e). Ce décalage pour le conditionnement Séché peut peut-être s'expliquer par le fait que l'endommagement des zones plus fragiles a eu lieu pendant le séchage et n'apparaît donc plus lors de l'essai de traction, alors que pour les autres conditionnements ces endommagements initiaux ont lieu en début d'essai. Pour les éprouvettes $[(\pm 45)]_7$, le seuil d'endommagement est atteint pour une déformation de 2,5% en conditionnement Ambient, 0,3 % en conditionnement Eau et 3,7 % en conditionnement Séché (Fig. III.12b,d,f). Ce décalage pour le conditionnement Séché s'explique probablement, comme pour l'orientation $[(0/90)]_7$, par le fait que les premiers endommagements ont déjà eu lieu pendant le séchage. En ce qui concerne le conditionnement Eau, de nombreux endommagements sont enregistrés dès le début de l'essai, peut-être dus à la fragilisation de l'interface fil/matrice, particulièrement sollicitée dans les éprouvettes $[(\pm 45)]_7$.

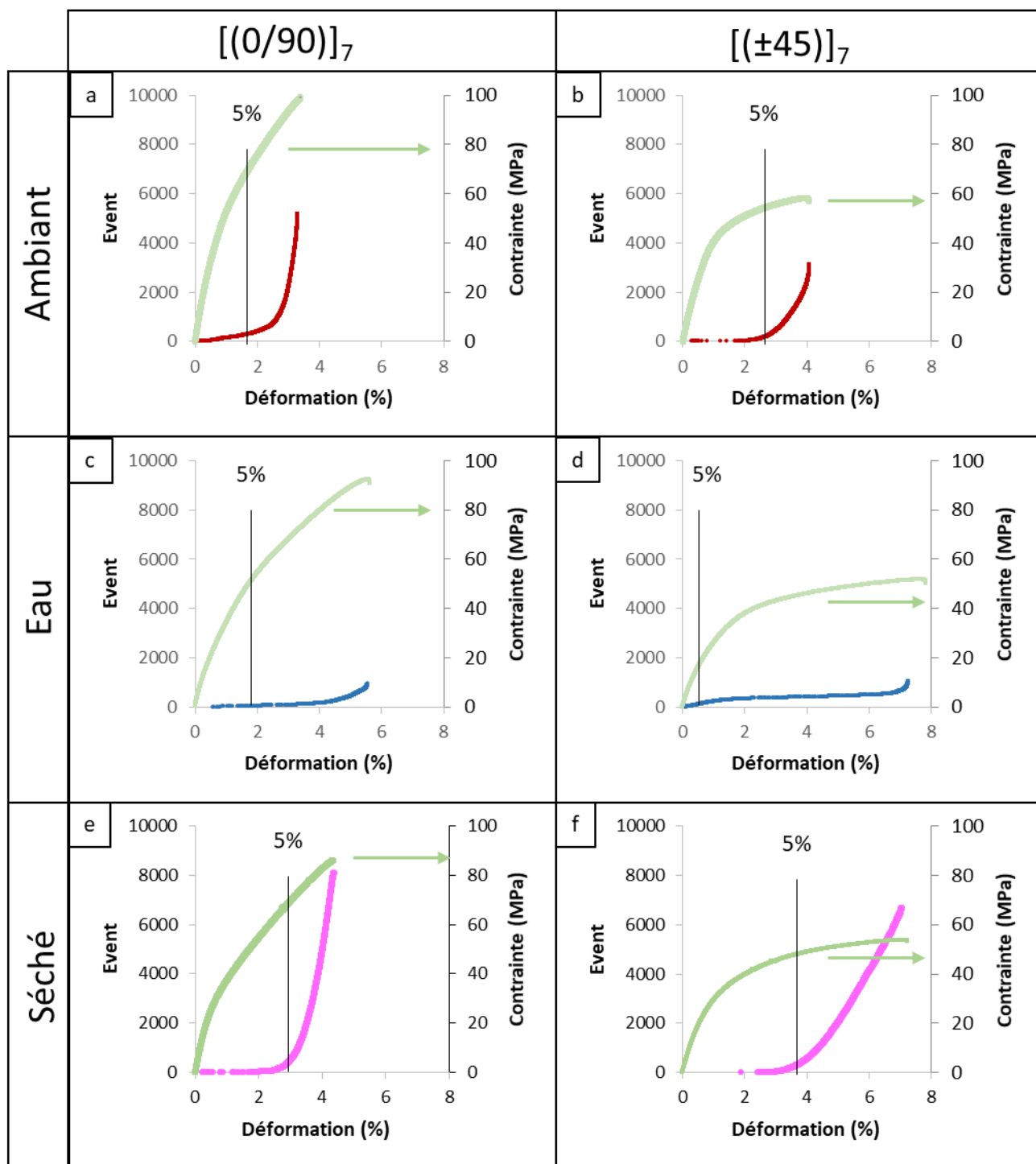


Fig. III.12 : Contrainte et nombre cumulé d'évènements acoustiques en fonction de la déformation lors des essais de traction : a) $[(0/90)]_7$ Ambient , b) $[(\pm 45)]_7$ Ambient , c) $[(0/90)]_7$ Eau , d) $[(\pm 45)]_7$ Eau , e) $[(0/90)]_7$ Séché et f) $[(\pm 45)]_7$ Séché.

Une analyse plus détaillée, par classe d'endommagement, a ensuite été effectuée. La figure III.13 permet de comparer l'évolution du nombre cumulé relatif d'évènements acoustiques par classe d'endommagement pour les deux orientations et les trois conditionnements.

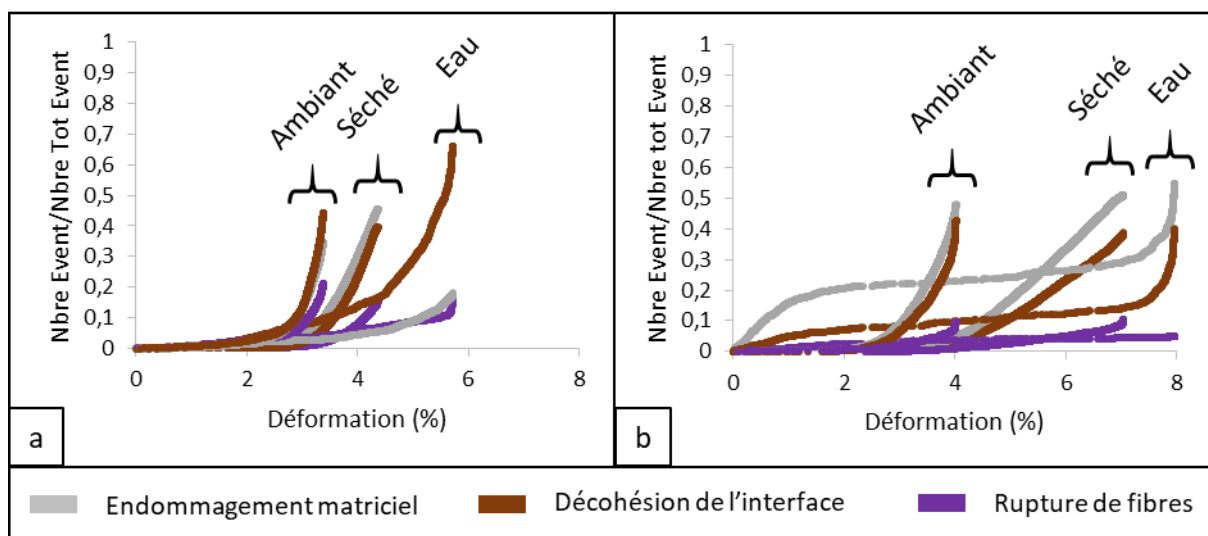


Fig. III.13 : Nombre cumulé relatif d'événements acoustiques classés par type d'endommagement pour les trois conditionnements Ambient, Eau et Séché en fonction de la déformation : a) pour l'orientation $[(0/90)]_7$ et b) pour l'orientation $[(\pm 45)]_7$.

Lors des essais de traction sur le composite $[(0/90)]_7$ (Fig. III.13.a), les trois classes d'endommagement (endommagement matriciel, endommagement interfacial et rupture des fibres) ont une cinétique assez similaire pour les conditionnements Ambient et Séché. Pour ces deux conditionnements, les endommagements matriciels et interfaciaux ont une évolution très voisine, alors que les ruptures de fibres commencent plus tardivement et s'accélèrent seulement en fin d'essai, tout en restant nettement inférieures en nombre aux autres types d'endommagement. En ce qui concerne le conditionnement Eau, l'évolution des ruptures de fibres reste assez similaire aux autres conditionnements, mais les endommagements liés à l'interface sont beaucoup plus précoces et deviennent très largement majoritaires.

Pour les essais de traction sur le composite $[(\pm 45)]_7$ (Fig. III.13.b), on retrouve des évolutions assez similaires pour les trois classes d'endommagement en conditionnements Ambient et Séché, avec également une apparition tardive des ruptures de fibres qui restent minoritaires en nombre par rapport aux endommagements matriciels et interfaciaux. Par contre, pour le conditionnement Eau, les cinétiques des classes d'endommagement liées à la matrice et aux interfaces sont complètement différentes, avec un changement net de concavité en début d'essai. En effet, dès le début de l'essai de traction, de nombreux endommagements matriciels et interfaciaux sont enregistrés. Puis leur nombre a tendance à se stabiliser avant d'augmenter à nouveau juste avant la rupture. Ce sont les endommagements de faible amplitude et faible énergie (classe liée à la matrice) qui sont largement prédominants. Le conditionnement Eau modifie donc

le comportement du matériau, qui va s'endommager fortement dès les faibles contraintes. La proportion de rupture de fibres reste quant à elle très minoritaire.

Pour comparer les proportions des trois classes d'endommagement à la rupture, la figure III.14 présente les nombres relatifs de chaque classe d'endommagement à la fin de l'essai pour les deux orientations et les trois conditionnements. Pour tous les essais, l'endommagement minoritaire en nombre est la rupture de fibres. La proportion de ces ruptures de fibres est nettement inférieure dans le $[(\pm 45)]_7$ par rapport au $[(0/90)]_7$, ce qui est à relier à la présence des fils à 0° dans les échantillons $[(0/90)]_7$.

Pour l'orientation $[(0/90)]_7$, les proportions des endommagements matriciels et interfaciaux sont voisines pour les conditionnements Ambient et Séché. Par contre, pour le conditionnement Eau, les endommagements interfaciaux deviennent majoritaires. Cela pourrait peut-être s'expliquer par le fait que, pour cette orientation, 50 % du renfort est orienté à 90° de la direction de sollicitation. Or, A. Perrier a montré dans sa thèse (Perrier, 2016) que la contrainte à rupture d'un composite monofilamentaire avec le fil orienté à 90° est inférieure à celle obtenue lorsque le fil est à 45° . L'interface fil/matrice orientée à 90° va donc rompre plus facilement que l'interface à 45° , ce qui peut expliquer cette forte proportion d'endommagement interfacial que l'on ne retrouve pas dans le $[(\pm 45)]_7$.

En effet, pour l'orientation $[(\pm 45)]_7$, l'endommagement majoritaire en nombre est l'endommagement matriciel quel que soit le conditionnement (Fig. III.4.d,e,f). Ce résultat s'explique également par le seuil de détection des émissions acoustiques très bas utilisé dans cette étude. La valeur de 37dB qui a été choisie permet de détecter des endommagements de faible amplitude, qui se retrouvent donc en majorité dans la classe d'endommagement matriciel.

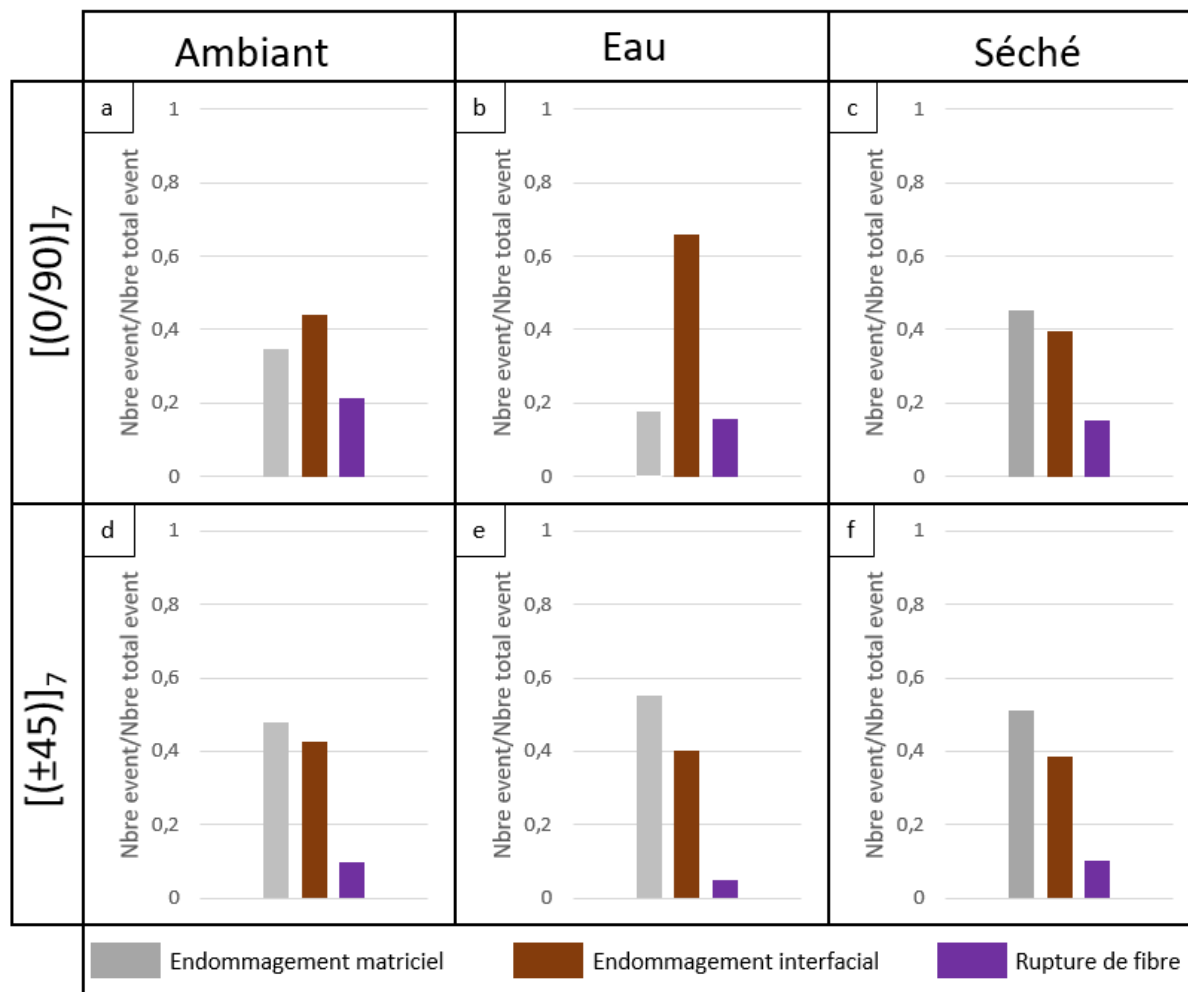


Fig. III.14 : Proportions en nombre des endommagements par classe enregistrés par émission acoustique à la rupture en traction pour l'orientation [(0/90)]₇ a) Ambient, b) Eau et c) Séché, et pour l'orientation [(±45)]₇ d) Ambient, e) Eau et f) Séché.

Une autre grandeur intéressante à comparer est la proportion en énergie des endommagements par classe enregistrés par émission acoustique à la rupture en traction (Fig. III.15). On observe le même ordre de prédominance pour les deux orientations et les trois conditionnements : une majorité d'énergie pour l'endommagement par rupture de fibres, puis pour l'endommagement à l'interface et enfin pour l'endommagement de la matrice. L'endommagement le moins important en nombre (lié aux ruptures de fibres) est donc très largement le plus énergétique. En effet, l'énergie de rupture des fibres est beaucoup plus importante que celle libérée par les autres types d'endommagement. Par exemple, pour l'orientation [(0/90)]₇ en conditionnement Eau, les endommagements à l'interface étaient les plus nombreux (Fig. III.14.b). Cependant, en énergie, les ruptures de fibres restent très largement majoritaires (Fig. III.15.b). Cela s'explique par le fait que l'interface à 90° ne nécessite que peu d'effort pour rompre, et donc libère peu d'énergie, contrairement aux ruptures des renforts sollicités à 0°.

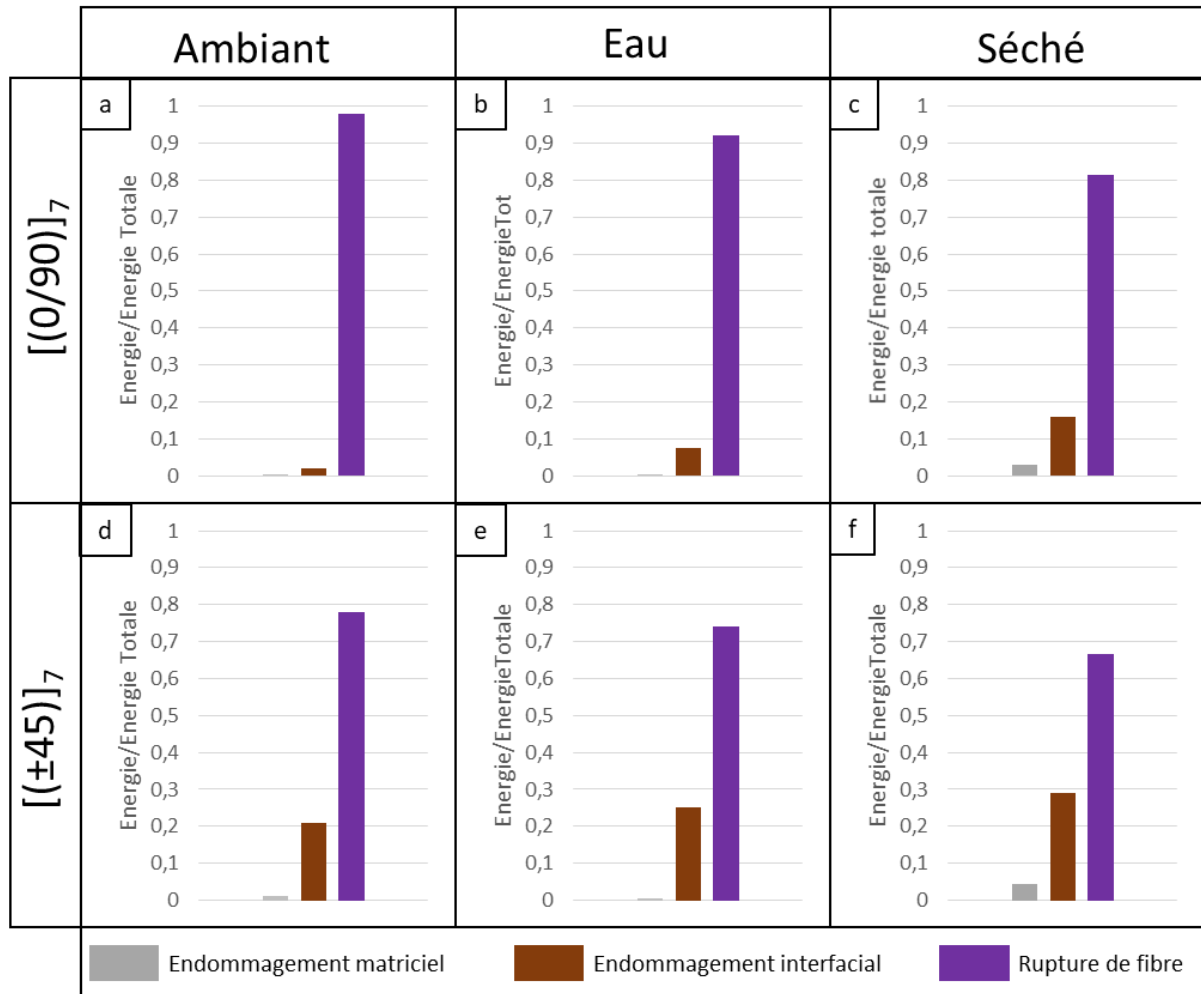


Fig. III.15: Proportions en énergie des endommagements par classe enregistrés par émission acoustique à la rupture en traction pour l'orientation $[(0/90)]_7$ a) Ambient, b) Eau et c) Séché, et pour l'orientation $[(\pm 45)]_7$ d) Ambient, e) Eau et f) Séché.

Pour les deux orientations, l'influence du conditionnement sur l'énergie des émissions acoustiques est identique, avec une diminution de la proportion d'énergie liée aux ruptures de fibres entre les conditionnements Ambient, Eau et Séché. Cette diminution de l'énergie liée aux ruptures de fibres se fait au profit de l'énergie de l'endommagement à l'interface.

III.1.2.2.2. Observations des endommagements

Après rupture en traction, tous les échantillons ont été observés par microscopie électronique à balayage et par microtomographie à rayons X. Pour ces observations, les échantillons ne peuvent plus être saturés en humidité et les observations sur éprouvettes Eau ont donc été effectuées après séchage à l'ambiante.

Microscopie électronique à balayage.

L'analyse des faciès de rupture par MEB-FEG a été réalisée pour chaque orientation et chaque conditionnement (Fig. III.16). Ces clichés montrent tous une rupture fragile de la matrice. Quelques fissures matricielles sont visibles dans les zones riches en matrice (par exemple Fig. III.16.b). On notera que l'ouverture de ces fissures matricielles est inférieure à $10\mu\text{m}$. Des décohésions fil/matrice très nombreuses et très ouvertes sont présentes sur les deux orientations pour le conditionnement Séché (Fig. III.16.c,f). Cela confirme le rôle endommageant du séchage sur les interfaces, qui sont encore plus ouvertes après l'essai de traction.

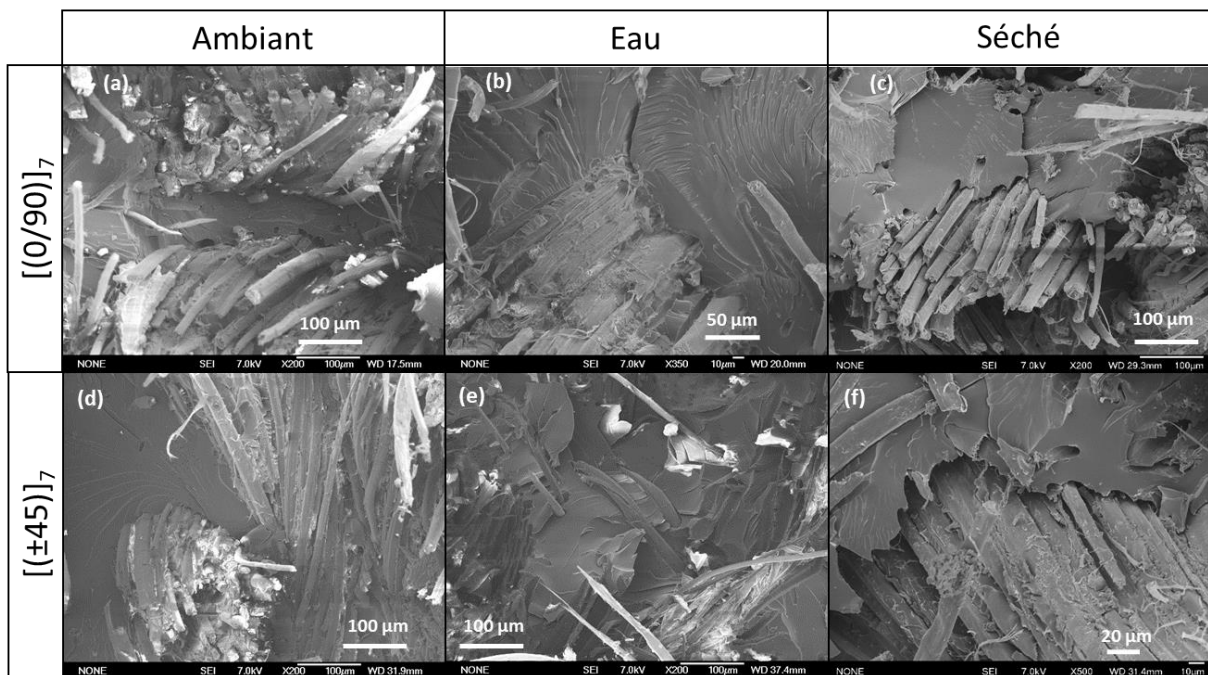


Fig. III.16 : Faciès de rupture observés par MEB-FEG après traction sur le composite tissé chanvre/époxy pour les orientations $[(0/90)]_7$ et $[(\pm 45)]_7$, et les trois conditionnements Ambient, Eau et Séché.

Microtomographie à rayons X

Un exemple de microtomographie à rayons X effectué avant essai sur l'éprouvette testée in situ en traction (de largeur 15 mm) est présenté sur la figure III.17. Cette technique permet de visualiser le volume complet de la zone scannée (Fig. III.17.a) à partir de piles d'images dans les trois plans : XY, XZ et YZ (Fig. III.18.b,c,d). La section de l'éprouvette (Fig. III.17.b) permet de visualiser les sept plis de tissu de chanvre répartis dans l'épaisseur. On les retrouve également sur la tranche de l'éprouvette (Fig. III.17.c). Enfin, le plan XY (Fig. III.17.d) permet d'identifier l'orientation du renfort, ici à $\pm 45^\circ$ de l'axe X de sollicitation. Cette tomographie met également en évidence la faible porosité du composite étudié.

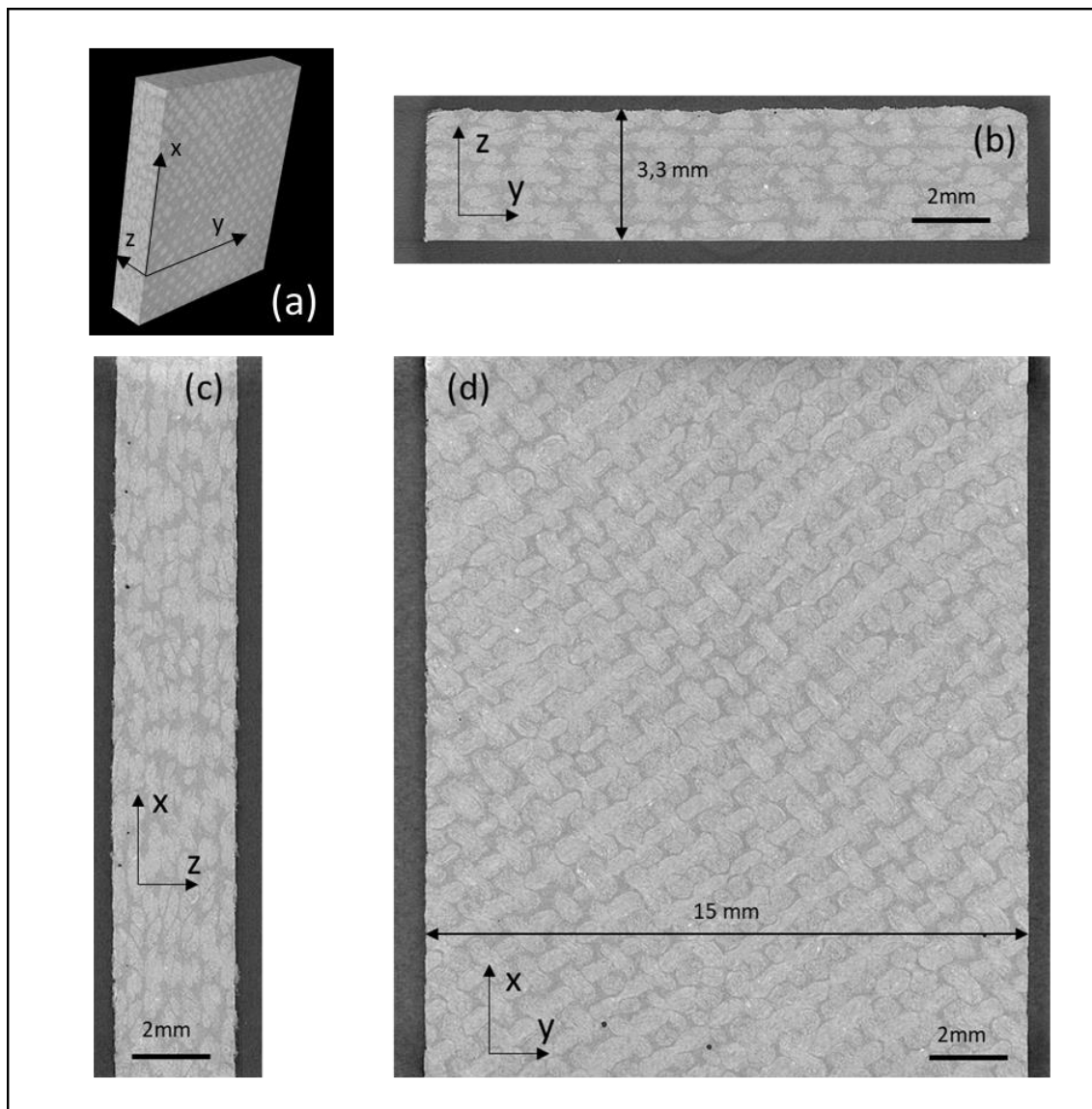


Fig. III.17 : Microtomographie d'une éprouvette de composite tissé chanvre/époxy $[(\pm 45)]_7$ avant essai mécanique a) représentation volumique, b) plan ZY (section de l'éprouvette) avec les sept plis de tissu visibles (fils de tissu en nuances claires), c) plan XZ (tranche de l'éprouvette) et d) plan XY (face de l'éprouvette) avec orientation ± 45 des fils de chaîne et de trame par rapport à l'axe de traction X.

La Figure III.18 permet de comparer les endommagements visibles après rupture en traction sur les tranches de toutes les éprouvettes pour les différents conditionnements. La résolution des microtomographies étant de $15 \mu\text{m}$ par voxel, les endommagements de dimension inférieure à ce seuil ne pourront pas être détectés. En particulier, les fissures matricielles qui sont ouvertes de moins de $10 \mu\text{m}$, comme cela a été vu par MEB (Fig. III.16), ne seront pas visibles sur les microtomographies.

On voit sur la figure III.18 que les endommagements sont beaucoup moins développés dans les éprouvettes $[(0/90)]_7$ que dans les éprouvettes $[(\pm 45)]_7$. Sur la tranche des éprouvettes $[(0/90)]_7$, aucun endommagement n'est visible dans le cas du conditionnement Ambiant. Pour les conditionnements Eau et Séché, on observe quelques fissures suivant l'axe X de traction, très peu ouvertes.

En ce qui concerne les éprouvettes $[(\pm 45)]_7$, on voit sur la figure III.18 que l'endommagement est transverse (parallèle à l'axe Z), et particulièrement développé pour les conditionnements Eau et Séché. En effet, pour ces deux conditionnements, on observe des endommagements à la fois nombreux et très ouverts. Ce phénomène est encore plus marqué pour le conditionnement Eau.

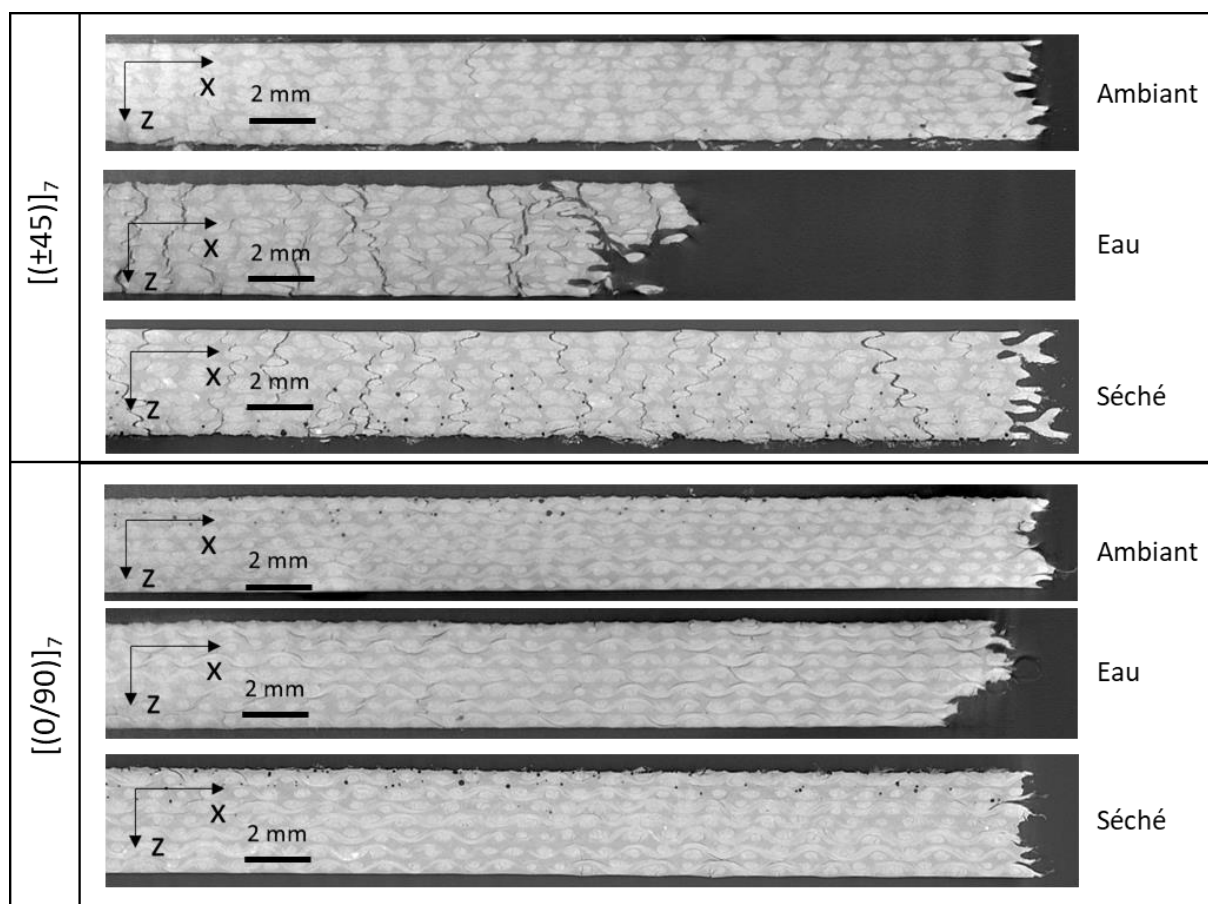


Fig. III.18: Microtomographies des tranches des éprouvettes de composite tissé chanvre/époxy après rupture en traction suivant l'orientation et le conditionnement.

Un zoom sur les tranches des éprouvettes en conditionnement Eau est présenté sur la figure III.19. Pour l'éprouvette $[(0/90)]_7$, l'endommagement principal est constitué d'une succession de décohésions entre le fil et la matrice au dos du fil de chaîne (Fig. III.19.a). Ce type

d'endommagement est donc directement lié aux ondulations du tissage. Quelques fissures inter-fils, d'une décohésion à une autre, sont également visibles. L'éprouvette $[(\pm 45)]_7$, quant à elle, montre des endommagements complètement différents, avec une orientation générale suivant l'axe Z. Ces endommagements sont très ouverts, et souvent traversants. Ils se propagent d'une interface fil/matrice à une autre (Fig. III.19.b).

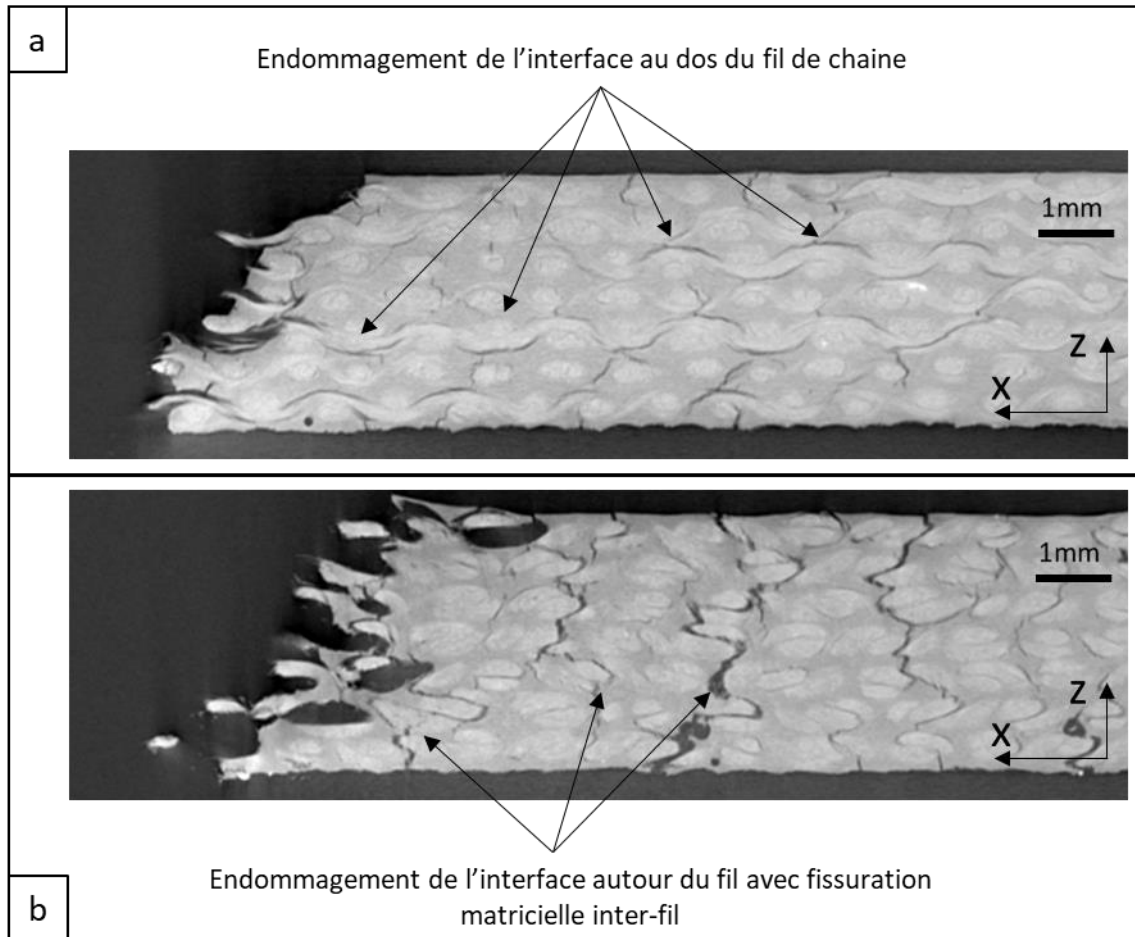


Fig. III.19 : Zoom sur les microtomographies des tranches des éprouvettes de composite tissé chanvre/époxy après rupture en traction en conditionnement Eau suivant l'orientation a) $[(0/90)]_7$ et b) $[(\pm 45)]_7$.

On notera également que les endommagements sont plus ouverts sur les bords libres des éprouvettes qu'à cœur, comme on peut le voir par exemple sur la figure III.20. En effet, le bord libre de l'éprouvette $[(\pm 45)]_7$ en conditionnement Eau montre, comme on l'a vu précédemment, de nombreuses fissures traversantes et très ouvertes (Fig. III.20.a), alors que la même éprouvette à cœur (Fig. III.20.b) présente un endommagement de même type mais beaucoup moins développé.

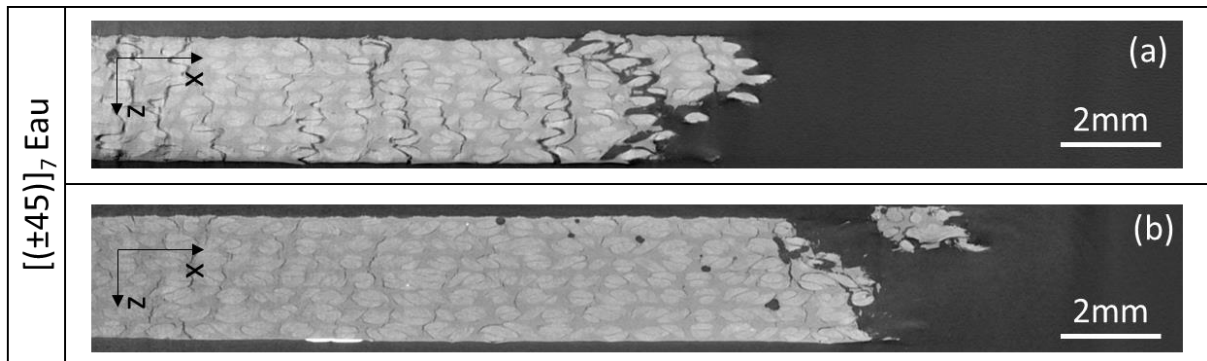


Fig. III.20 : Microtomographies de deux tranches d'une éprouvette [(±45)]₇ de composite tissé chanvre/époxy après rupture en traction en conditionnement Eau : a) sur un bord libre, b) à cœur.

Une analyse quantitative des volumes d'endommagement a également été réalisée à partir des scans de microtomographie. Pour réaliser ce calcul, un même volume d'étude a été considéré pour toutes les éprouvettes, situé en dehors mais à proximité de la zone de rupture. Les résultats obtenus sont présentés sur la figure III.21. Cette quantification montre que, pour les deux orientations, le conditionnement Eau conduit à un volume maximal d'endommagement, presque deux fois supérieur à celui observé après un essai en conditionnement Séché et bien supérieur à celui d'un conditionnement Ambient. De plus, on constate que le volume d'endommagement pour un conditionnement donné est environ dix fois inférieur pour l'orientation [(0/90)]₇ que pour [(±45)]₇.

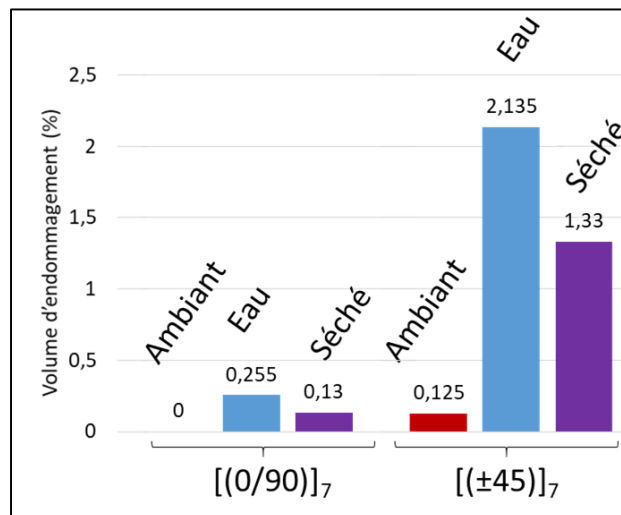


Fig. III.21 : Volumes relatifs d'endommagement déterminés à partir des scans de microtomographie sur les éprouvettes de composite tissé chanvre/époxy après rupture en traction pour les orientations [(0/90)]₇ et [(±45)]₇ et les conditionnements Ambient, Eau et Séché.

Ces résultats expliquent bien les variations des grandeurs mécaniques déterminées lors des essais de traction pour les différents conditionnements (Fig. III.8), avec un comportement intermédiaire pour le conditionnement séché, entre l'Ambiant et l'Eau.

III.2. Effet de l'humidité à l'échelle des constituants

Dans cette partie, l'effet de l'humidité sur les constituants du composite chanvre/époxy va être étudié, à l'échelle du fil, de la résine et de l'interface.

III.2.1. Effets sur le fil de chanvre

L'effet du vieillissement hydrique sur le comportement mécanique des fils de chanvre a été analysé en réalisant des essais de traction suivant trois conditionnements :

- Le conditionnement Ambient, identique à celui appliqué pour les composites tissés chanvre/époxy.
- Le conditionnement Eau, pour lequel le fil de chanvre a été maintenu dans l'eau durant 1 mois. La durée de vieillissement du fil est moindre que pour le composite chanvre/époxy en raison de la très forte hydrophilie du fil non imprégné de résine. Les essais de traction, qui ne durent que quelques minutes, ont été réalisés à l'ambiante.
- Le conditionnement Séché, identique à celui appliqué pour les composites tissés chanvre/époxy si ce n'est la durée d'immersion dans l'eau réduite à 1 mois.

Avant chaque essai, le diamètre moyen de chaque fil a été mesuré à la binoculaire. Les courbes de traction obtenues sont présentées sur la figure III.22.

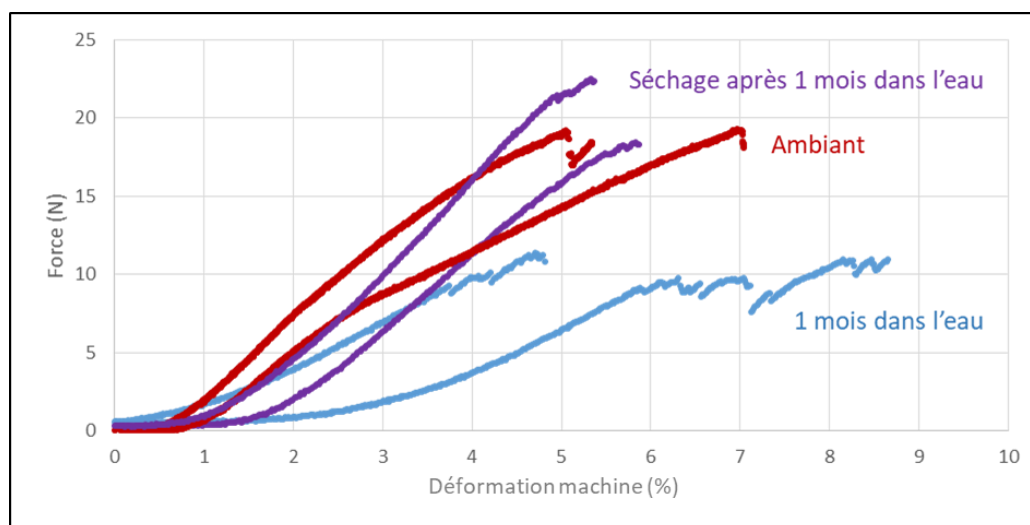


Fig. III.22 : Courbes de traction sur fil de chanvre pour les conditionnements Ambient, Eau et Séché (la déformation a été déterminée à partir du déplacement de la traverse).

En raison de la très grande variabilité des propriétés des fils de chanvre, inhérente à leur origine naturelle, au moins cinq essais ont été réalisés pour chaque conditionnement. Seuls deux essais sont présentés sur la figure III.22, à titre d'exemple. Malgré la dispersion, la comparaison des courbes de traction montre une forte influence du conditionnement sur le comportement du fil seul. On constate une forte baisse de la force à rupture et de la rigidité du fil en conditionnement Eau par rapport à l'Ambiant, puis un recouvrement de ces propriétés après séchage (Fig. III.22). Les caractéristiques de traction ont été moyennées pour chaque conditionnement et sont résumées dans le tableau III.5.

Conditionnement	Diamètre (μm)	Force max (MPa)	Contrainte max (MPa)	Rigidité apparente (GPa)
Ambiant	324,7 ± 16	17,7 ± 4,9	212,8 ± 53	5,0 ± 0,8
Eau	340 ± 4	11,9 ± 1,3	130 ± 11	3,5 ± 1,3
Séché	336,5 ± 6,6	20,5 ± 2,9	231,3 ± 41,3	5,95 ± 1,1

Tab. III.5 : Caractéristiques de traction du fil de chanvre seul pour les trois conditionnements.

Le conditionnement Eau augmente légèrement le diamètre moyen des fils et diminue la force à rupture, la résistance en traction chute donc de 40% par rapport à l'Ambiant (Tab. III.5). Les valeurs de rigidité apparente des fils sont plus difficiles à déterminer et très dispersées, cependant on constate également que la rigidité moyenne est minimum pour le conditionnement Eau. Le séchage des fils quant à lui permet de retrouver – voire de dépasser, à la dispersion près – les valeurs initiales du conditionnement Ambiant. Cette évolution des propriétés mécaniques en traction est la même que celle qui avait été obtenue pour le composite tissé chanvre/époxy (Fig. III.8).

III.2.2. Comportement de la résine

Une étude similaire a été effectuée sur la résine époxy EPOLAM 2020 seule. Tout d'abord, des éprouvettes de géométrie identique à celle des éprouvettes monofilamentaires mais sans fil de chanvre ont été immergées dans l'eau, et un suivi gravimétrique a été effectué. La comparaison entre les prises relatives de masse de la résine époxy seule et du composite tissé chanvre/époxy montre une forte différence (Fig. III.23). En effet, la cinétique est beaucoup plus élevée dans le composite, et la prise de masse à saturation est deux fois plus grande pour le composite que pour la résine. Cela s'explique par le fait que, dans le composite, ce sont les renforts qui absorbent le plus d'eau.

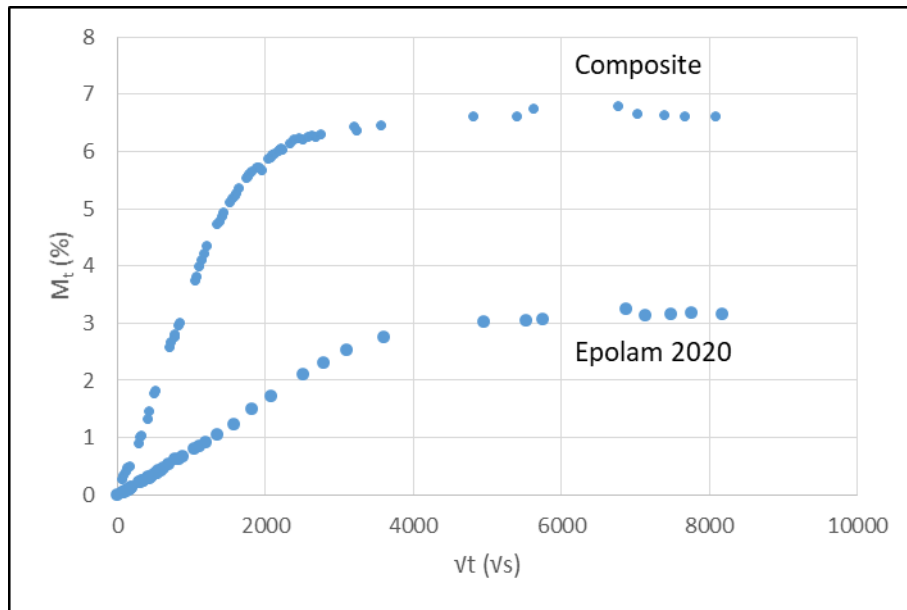


Fig. III.23 : Comparaison des courbes d'absorption d'eau du composite tissé chanvre/époxy et de la résine seule.

Pour modéliser la courbe de prise en eau de la résine, la loi de Fick a également été appliquée. Cette loi permet de parfaitement décrire la courbe expérimentale (Fig. III.24). Les valeurs des paramètres de la loi de Fick déterminés pour la résine sont précisées dans la figure III.24. Le coefficient de diffusion de l'eau dans la résine seule est inférieur à celui dans le composite tissé d'un facteur 10 (voir Tab. III.1). La durée d'immersion nécessaire pour atteindre la saturation en eau de la résine est d'environ 290 jours. Les éprouvettes de traction de résine seule ont été immergées dans l'eau pendant 200 jours (plus longtemps que les éprouvettes de composite), ce qui correspond quasiment à la saturation en eau de la résine.

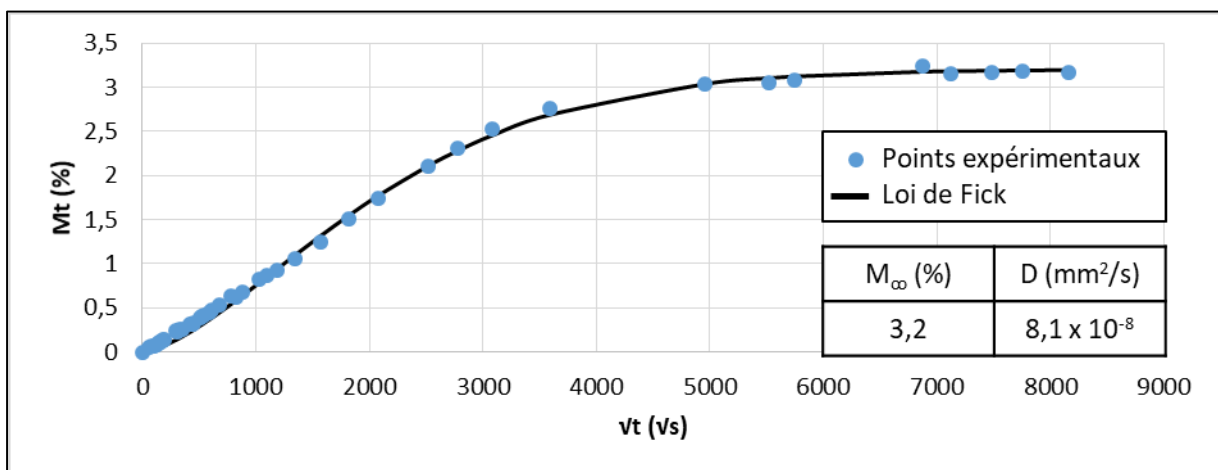


Fig. III.24 : Prise relative de masse d'une éprouvette de résine époxy immergée dans l'eau avec loi de Fick associée.

Des tests de traction ont ensuite été réalisés sur les éprouvettes de résine seule pour les trois conditionnements : Ambient, Eau et Séché (Fig. III.25). Les paramètres mécaniques sont donnés dans le tableau III.6.

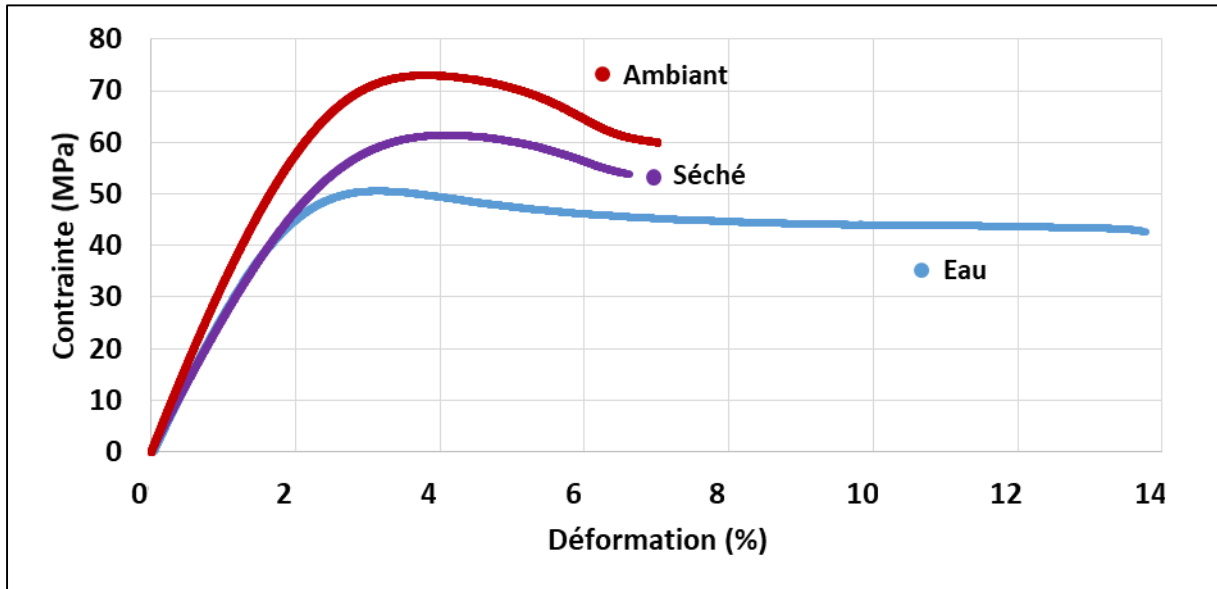


Fig. III.25 : Courbes de traction d'éprouvettes de résine époxy pour les trois conditionnements.

Conditionnement	Module (GPa)	Contrainte max (MPa)	Déformation à rupture (%)
Ambiant	3,50 ± 0,50	71,50 ± 1,50	7,0
Eau	2,65 ± 0,03	50,70 ± 0,15	13,8
Séché	2,70 ± 0,20	61,40 ± 0,10	6,65

Tab. III.6 : Paramètres mécaniques en traction des éprouvettes de résine seule pour les trois conditionnements.

On constate que, même si la résine est beaucoup moins hydrophile que les fils de chanvre, son comportement en traction est modifié par le conditionnement (Fig. III.25). Pour le conditionnement Eau, le module d'Young de la résine baisse de 25 % par rapport à l'Ambiant, la contrainte maximale est diminuée de 30 %, alors que la déformation à rupture est multipliée par 2 (Tab. III.6). On retrouve ici l'effet plastifiant de l'eau sur ce polymère, comme cela avait été vu également dans les travaux de thèse d'Amélie Perrier (Perrier, 2016). En conditionnement Séché, les éprouvettes de résine ont un comportement intermédiaire, elles ne recouvrent pas complètement le comportement Ambient, avec en particulier une contrainte maximale diminuée de 15 %.

Le comportement mécanique du composite tissé dépend non seulement du comportement de ses constituants, fils de chanvre et résine époxy, comme on vient de le voir, mais également de celui de l'interface fil/matrice qui est présenté dans la section suivante.

III.2.3. Influence de l'eau sur l'interface fil/résine

Pour tester la qualité de l'adhésion interfaciale, des tests de fragmentation sur éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy ont été réalisés. Il a été montré dans une étude précédente que l'endommagement interfacial apparaît lors du séchage des échantillons, et non pendant l'immersion dans l'eau (Perrier et al., 2017b). Nous avons donc réalisé des tests de fragmentation suivant deux conditionnements : Ambient et Séché.

III.2.3.1. Tests de fragmentation en conditionnement Ambient

III.2.3.1.1. Apparition des fragments

Lors d'un essai de traction sur une éprouvette monofilamentaire chanvre/époxy, les fragments apparaissent l'un après l'autre jusqu'à la rupture complète de l'éprouvette. La figure III.26 montre l'exemple d'une courbe de traction obtenue sur une éprouvette chanvre/époxy en conditionnement Ambient.

On voit sur la figure III.26, en zoomant sur la deuxième partie de l'essai au-delà de 4% de déformation, une succession de neuf « sauts » sur la courbe (petites chutes de contrainte). Une observation à la binoculaire de l'éprouvette monofilamentaire après rupture, permet de constater la présence de neuf ruptures du fil (c'est-à-dire huit fragments). Cela permet de relier les « sauts » sur la courbe de traction à la présence des fragments. Toutefois, cette analyse post-mortem ne permet pas de déterminer l'ordre d'apparition des fragments lors de l'essai de traction.

Un dispositif d'enregistrement in situ a donc été mis au point avec, simultanément, un enregistrement vidéo de la zone utile de l'échantillon placé dans un polariscope circulaire et un enregistrement des émissions acoustiques à l'aide de deux capteurs piézoélectriques. Cet essai multi-instrumenté a permis d'étudier l'ordre d'apparition des fragments et la signature acoustique de la fragmentation. Le dispositif d'essai est schématisé sur la figure III.27.

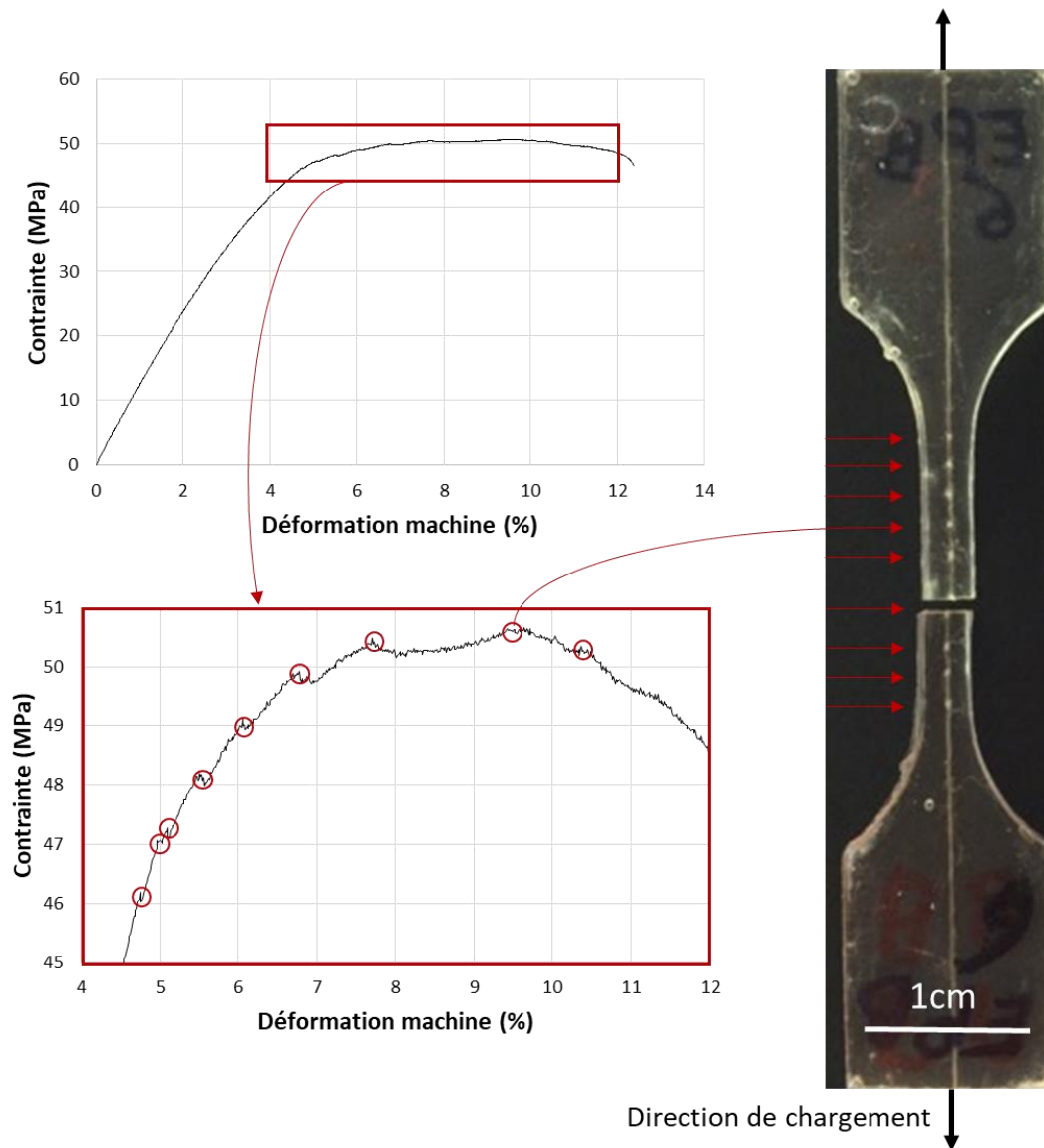


Fig. III.26 : Courbe de traction d'une éprouvette monofilamentaire avec zoom sur l'apparition des fragments et cliché post-mortem de l'éprouvette testée.

Pour cet essai, les faces de l'éprouvette monofilamentaire ont été préalablement polies au micron pour améliorer la visualisation des fragments, réduisant ainsi légèrement sa section, et la cellule de charge utilisée était de 500N.

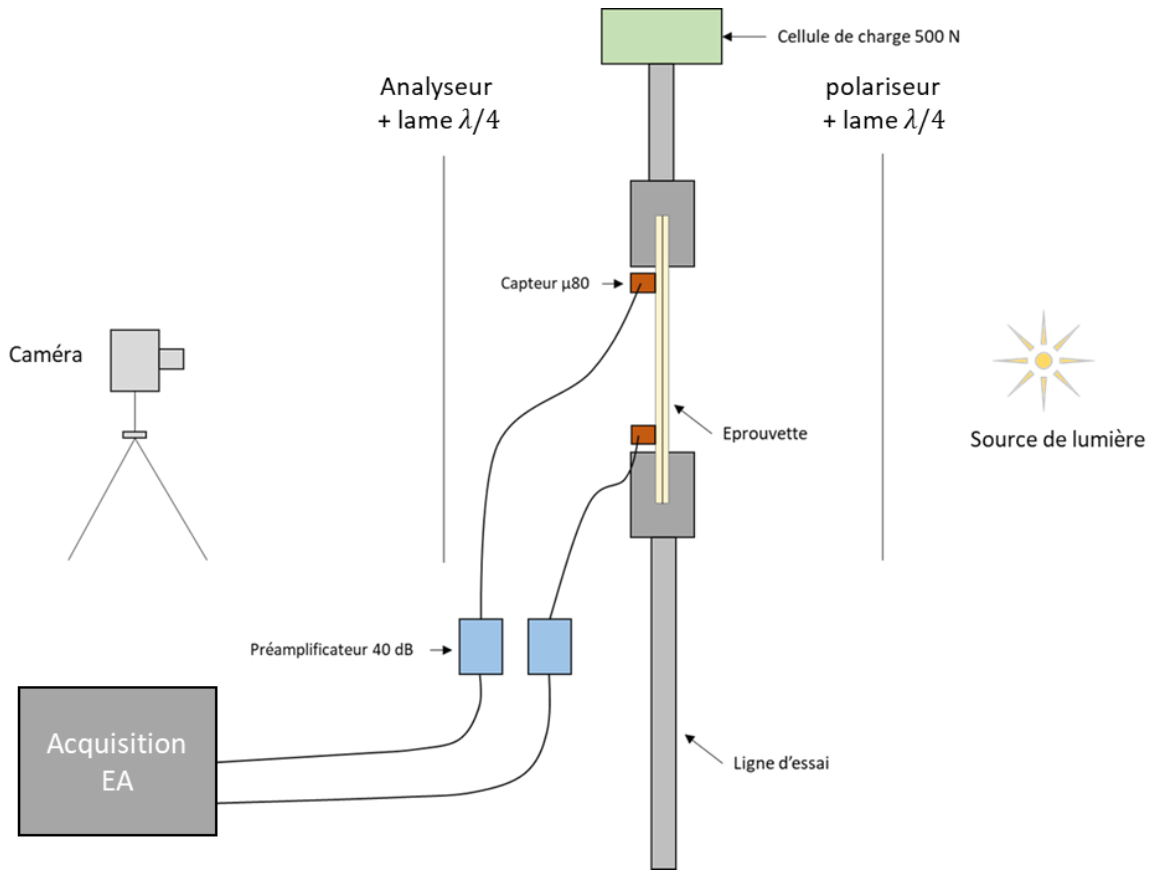


Fig. III.27 : Schéma du dispositif d'essai de fragmentation multi-instrumenté, avec suivi vidéo et enregistrement des émissions acoustiques.

L'enregistrement vidéo présenté sur la figure III.28 a été réalisé lors d'un essai de fragmentation sur une éprouvette monofilamentaire chanvre/époxy en conditionnement Ambient, au cours duquel il y a eu cinq ruptures de fil. La visualisation des images correspondant à chaque fragmentation permet de connaître l'ordre d'apparition des fragments dans l'éprouvette (Fig. III.28).

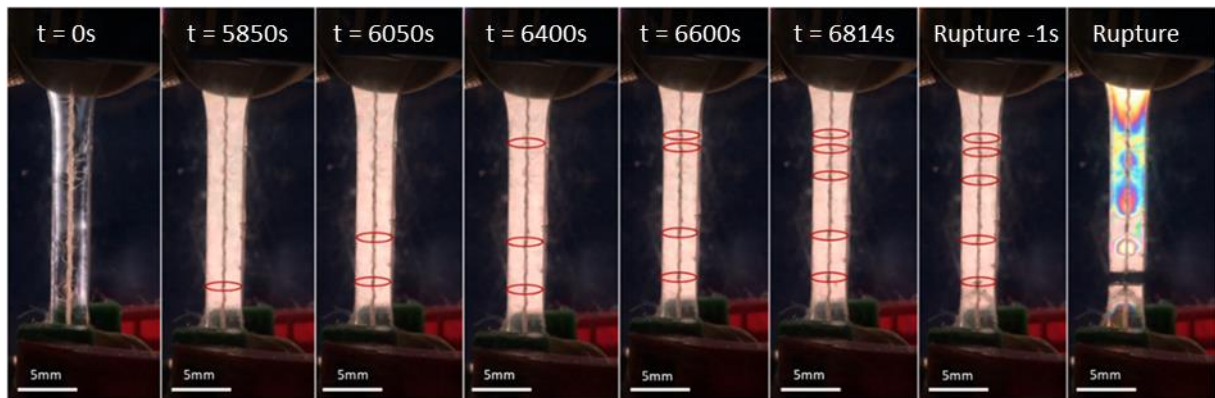


Fig. III.28 : Clichés issus du suivi vidéo d'un essai de fragmentation sur une éprouvette monofilamentaire chanvre/époxy en conditionnement Ambient au cours duquel il y a eu cinq ruptures du fil.

Chronologiquement, on constate que la première fragmentation apparaît dans la partie basse de l'éprouvette, puis des fragmentations successives se développent dans toute la zone utile jusqu'à la rupture de l'échantillon au niveau de la première fragmentation apparue. D'autre part, pendant l'essai de traction, on ne voit pas de franges apparaître au niveau des ruptures du fil car c'est la contrainte de traction qui prédomine, homogène dans la zone utile de l'éprouvette. Par contre, après rupture et donc déchargement de l'éprouvette, on voit nettement les franges correspondant aux contraintes résiduelles localisées autour de chaque fragmentation (dernière image sur la figure III.28). Ces franges sont également visibles à la binoculaire en lumière polarisée, comme on peut le voir sur la figure III.29 qui présente un zoom autour d'une rupture de fil.

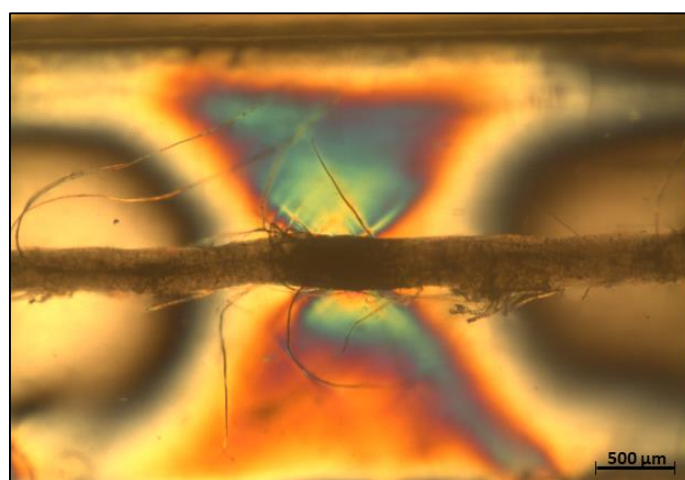


Fig. III.29 : Visualisation des franges autour d'une fragmentation en lumière polarisée à la binoculaire après rupture d'une éprouvette monofilamentaire chanvre/époxy en conditionnement Ambient.

On retrouve sur la figure III.29 les franges en « ailes de papillon », caractéristiques de la zone de surcontraintes résiduelles autour d'une rupture du fil dans une éprouvette de fragmentation.

Il a aussi été possible au cours de cet essai de relier chaque « saut » sur la courbe de traction à l'apparition de chaque rupture de fil (Fig. III.30). On notera que les dernières fragmentations sont difficilement détectables sur la courbe de traction pour cet essai.

Au cours du même essai, les événements acoustiques ont également été enregistrés. Leur localisation pendant l'essai permet d'identifier ceux correspondant à chacune des fragmentations. De plus, une classification des événements acoustiques par la méthode des k-moyennes a été réalisée afin d'identifier les différents types d'endommagement. La figure III.31 présente les résultats obtenus.

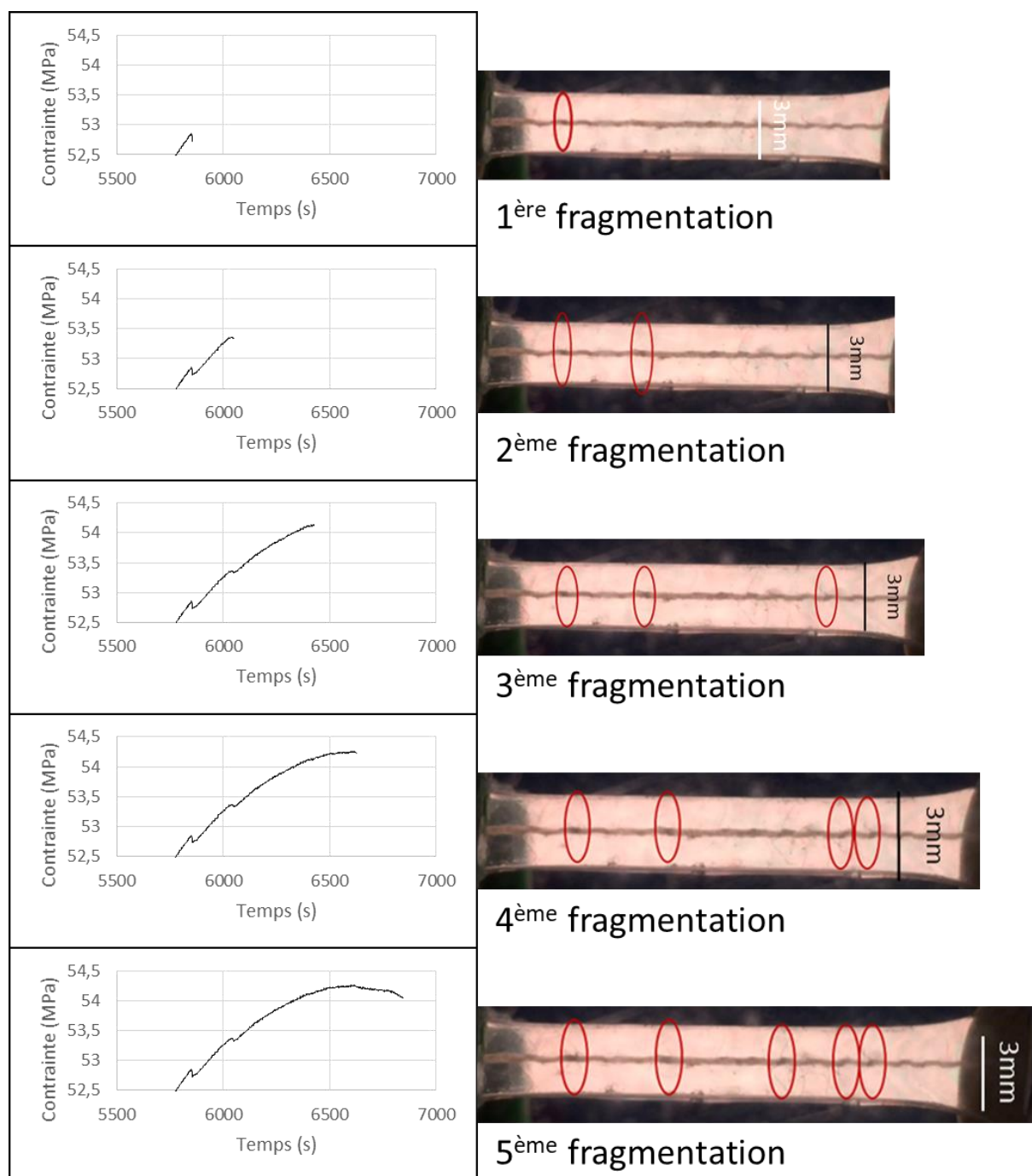


Fig. III.30 : Mise en correspondance de la courbe de traction avec l'apparition des ruptures du fil lors d'un essai de fragmentation sur une éprouvette monofilamentaire chanvre/époxy en conditionnement Ambient au cours duquel il y a eu cinq ruptures du fil.

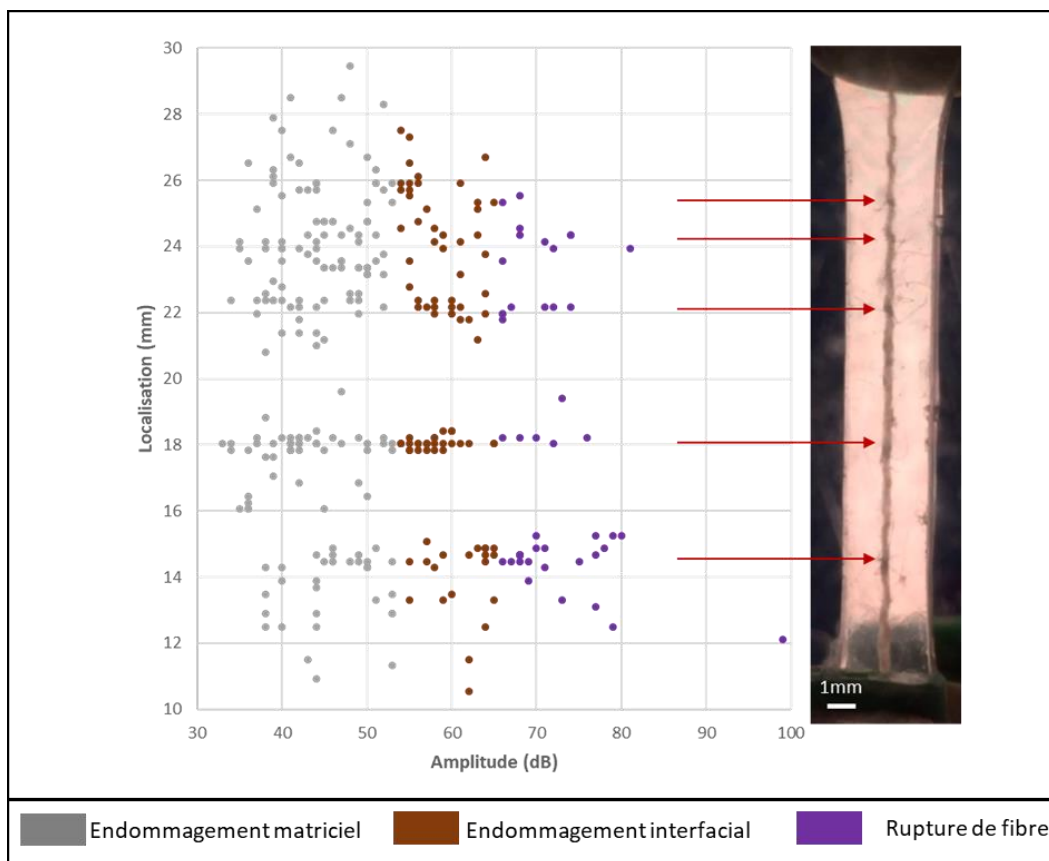


Fig. III.31 : Localisation des évènements acoustiques classés par type d'endommagement et correspondance avec les ruptures du fil lors d'un essai de fragmentation sur une éprouvette monofilamentaire chanvre/époxy en conditionnement Ambient au cours duquel il y a eu cinq ruptures du fil.

Ces résultats montrent qu'il y a bien une localisation spatiale des évènements acoustiques à l'emplacement de chaque fragmentation (Fig. III.31). De plus, on observe que chaque rupture du fil est source d'évènements acoustiques des trois classes : fissure matricielle, endommagement interfacial et rupture de fibres.

Grâce à la bonne localisation spatiale et temporelle de la fragmentation, il est possible d'isoler la signature acoustique liée à une rupture de fil (Fig. III.32). Cette signature acoustique s'étend donc sur une durée d'environ 300 secondes avec des ruptures de fibres pendant 40 secondes. Chronologiquement, la zone subit tout d'abord un endommagement matriciel puis interfacial, ensuite il y a rupture des fibres constituant le fil. Après la rupture du fil, l'interface et la matrice continuent à s'endommager car le fil ne reprend plus les contraintes locales.

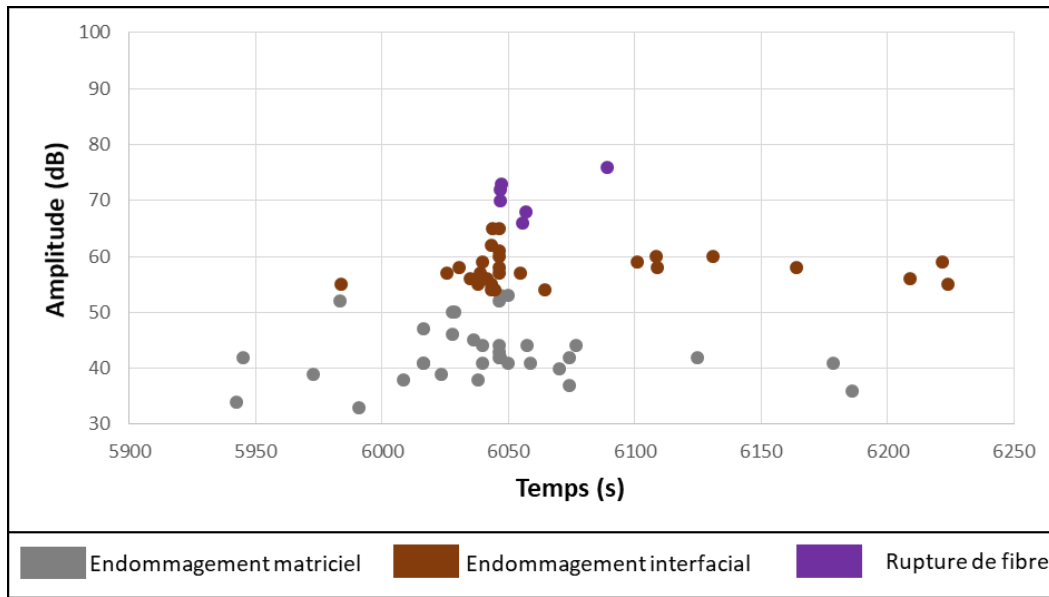


Fig. III.32 : Signature acoustique d'une rupture de fil lors d'un essai de fragmentation sur une éprouvette monofilamentaire chanvre/époxy en conditionnement Ambient, avec classification par type d'endommagement.

III.2.3.1.2. Calcul de l'IFSS

Afin de quantifier l'adhésion à l'interface fil/matrice, la contrainte maximale de cisaillement à l'interface (IFSS, Interfacial Shear Strength) a été calculée grâce à la méthode présentée dans le chapitre I (section I.5.3.1). L'équation utilisée est la suivante :

$$IFSS = \frac{\phi \sigma_f^{rup}(l_c)}{2 * l_c} \quad \text{Eq. III.2}$$

avec :

- ϕ le diamètre moyen du fil (mm),
- l_c la longueur critique d'un fragment de longueur l_f : $l_c = \frac{4}{3} l_f$ (mm),
- $\sigma_f^{rup}(l_c)$ la contrainte à rupture d'un fil de longueur l_c (MPa).

Les essais sur fils ont été réalisés avec une longueur utile L_0 de 10mm, différente de la longueur critique des fragments. Pour déterminer la valeur de la contrainte à rupture de fils de longueur l_c , il a donc fallu utiliser la loi de Weibull, selon l'équation donnée dans le chapitre I et rappelée ici :

$$\sigma_f^{rup}(l_c) = \sigma_f^{rup}(L_0) \left(\frac{L_0}{l_c} \right)^{\frac{1}{\alpha_w}} \quad \text{Eq. III.3}$$

avec :

- $\sigma_f^{rup}(l_c)$ la contrainte à rupture d'un fil de longueur l_c ,
- $\sigma_f^{rup}(L_0)$ la contrainte à rupture d'un fil de longueur L_0 ,
- α_w le facteur de forme de la loi de Weibull,
- l_c la longueur critique des fragments,
- L_0 la longueur de fil testée.

La figure III.33 présente la répartition selon la loi de Weibull des contraintes à rupture en traction mesurées sur les fils de chanvre seuls de longueur 10mm en conditionnement Ambient.

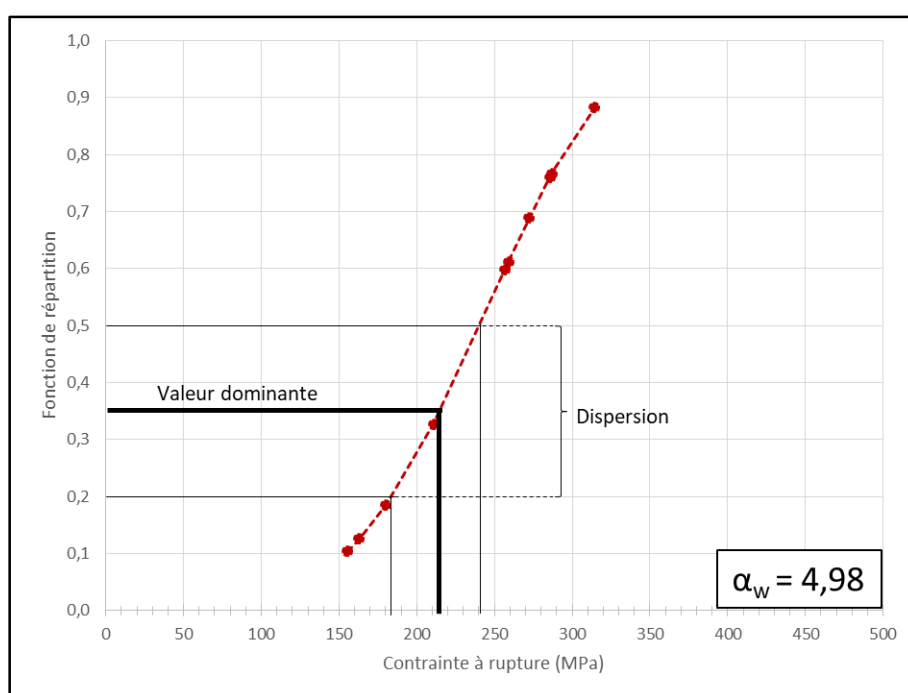


Fig. III.33 : Répartition selon la loi de Weibull des contraintes à rupture en traction mesurées sur les fils de chanvre seuls de longueur 10mm en conditionnement Ambient.

Chaque point sur la figure III.33 représente un essai sur un fil de chanvre. A partir de cette courbe, il a été possible de déterminer les paramètres de Weibull correspondants, en particulier le facteur de forme α_w , et donc de calculer la contrainte à rupture du fil pour une longueur l_c grâce à l'équation III.3.

Les longueurs de chaque fragment et le diamètre du fil dans chaque éprouvette monofilamentaire ont été mesurés à la binoculaire comme indiqué sur la figure III.34.

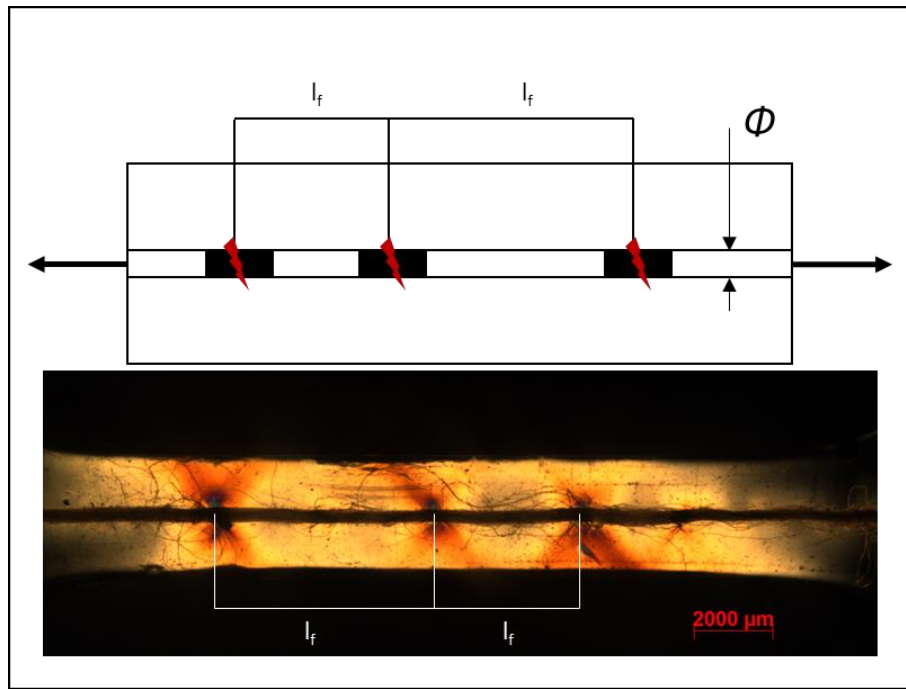


Fig. III.34 : Mesure du diamètre du fil Φ et des longueurs de fragments l_f dans les éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy.

Sur la figure III.35 sont reportées les valeurs mesurées du diamètre du fil de chanvre pour le conditionnement Ambient, sous forme de loi de Gauss. On constate que la valeur moyenne est de $308\mu\text{m}$ avec une dispersion relativement importante, due à l'origine naturelle des fibres.

Les longueurs critiques des fragments dans les éprouvettes monofilamentaires ont également été mesurées, puis analysées par la statistique de Weibull (Fig. III.36).

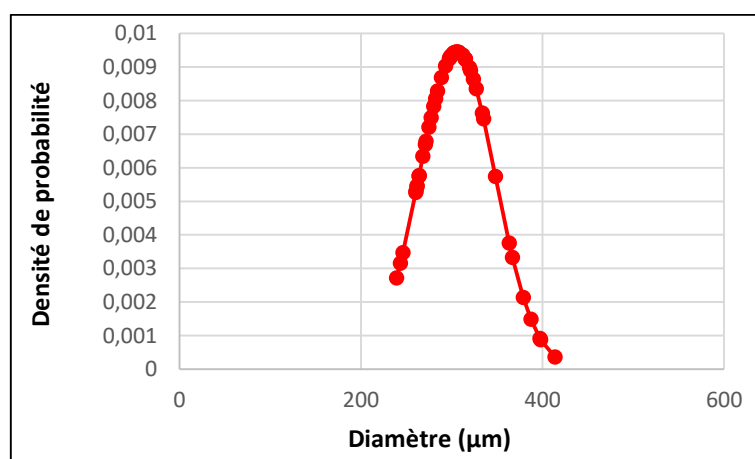


Fig III.35 : Distribution gaussienne des valeurs mesurées des diamètres des fils de chanvre en conditionnement Ambient.

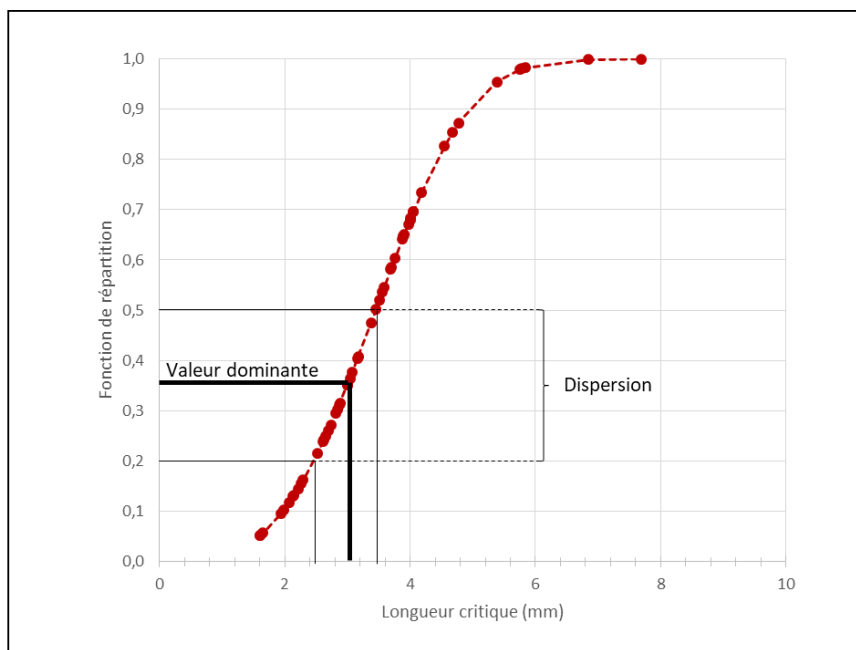


Fig. III.36 : Analyse de Weibull des longueurs critiques des fragments mesurées après rupture dans les éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy en conditionnement Ambient.

Finalement, toutes les valeurs qui ont été déterminées pour pouvoir calculer l'IFSS pour les éprouvettes monofilamentaires en conditionnement Ambient sont données dans le tableau III.7.

Conditionnement	$\sigma_f^{rup}(L_0)$ (MPa)	α_w	$\sigma_f^{rup}(l_c)$ (MPa)	l_f (mm)	l_c (mm)	IFSS (MPa)
Ambiant	$212,8 \pm 53$	4,98	$267,5 \pm 67$	$2,4 \pm 0,4$	$3,2 \pm 0,7$	$13,5 \pm 4$

Tab. III.7: Valeurs pour calculer l'IFSS pour les éprouvettes monofilamentaires en conditionnement Ambient.

La valeur de contrainte maximale de cisaillement à l'interface fil de chanvre/époxy en conditionnement Ambient est donc de $13,5 \pm 4$ MPa (Tab. III.7). Il est très délicat de comparer cette valeur avec des valeurs de la littérature car, comme on l'a vu, la détermination de l'IFSS est le résultat d'un long processus d'essais et de calculs. Il est donc possible de comparer des valeurs d'IFSS obtenues avec exactement le même processus, ce qui sera fait dans cette thèse, mais il est risqué de comparer avec la littérature. Toutefois, on peut citer par exemple les résultats obtenus par Ramirez et al. : $29,9 \pm 11$ MPa pour l'interface verre/époxy, et $35,3 \pm 13$ MPa pour l'interface carbone/époxy (Ramirez et al., 2008). Concernant le lin, un IFSS de 14 ± 6 MPa a été obtenu par Zafeiropoulos pour l'interface lin/PP (Zafeiropoulos, 2007), et de $19,4 \pm 4$ MPa pour l'interface lin/époxy par Seghini et al. (Seghini et al., 2018b). On constate donc que, si la valeur de

13,5 ± 4 MPa obtenue ici est nettement inférieure à celles données pour des fibres synthétiques, de verre ou de carbone, elle est du même ordre de grandeur que les valeurs obtenues avec du lin.

III.2.3.1.3. Décohésion fil/matrice

L'observation à la binoculaire des éprouvettes monofilamentaires après les essais de fragmentation montre la présence d'une zone noire, le long du fil de chanvre, autour de chaque rupture de fil (Fig. III.37).

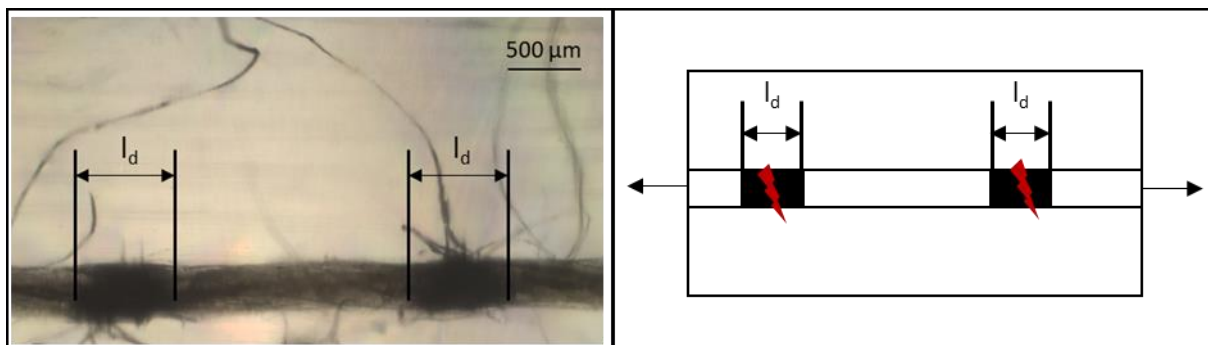


Fig. III.37 : Observation à la binoculaire des zones noires autour de chaque fragmentation dans une éprouvette monofilamentaire chanvre/époxy. Mesures des longueurs de décohésion l_d associées.

Pour comprendre l'origine de ces zones noires, des microtomographies à haute résolution (1,5μm) ont été réalisées sur des éprouvettes monofilamentaires après fragmentation. La figure III.38 présente un exemple d'images obtenues dans la zone d'une fragmentation.

Tout d'abord on peut voir sur la figure III.38.a qu'une fragmentation correspond aux ruptures des fibres qui constituent le fil, concentrées dans la même zone mais pas toutes dans le même plan, ces ruptures décrivant en quelque sorte des marches d'escalier. D'autre part, si l'on observe une section perpendiculaire à la direction de traction X, on constate que dans une zone éloignée de la fragmentation, aucun endommagement n'est visible à cette résolution (Fig. III.38.b). Dans cette partie saine de l'échantillon, l'interface fil/matrice est indemne. Par contre, dans une section proche de la zone de rupture du fil, on observe au contraire une décohésion à l'interface, qui fait tout le tour du fil (Fig. III.38.c). Cet endommagement est également visible dans le plan (XY) sous la forme de lignes noires très fines le long du fil (Fig. III.38.a).

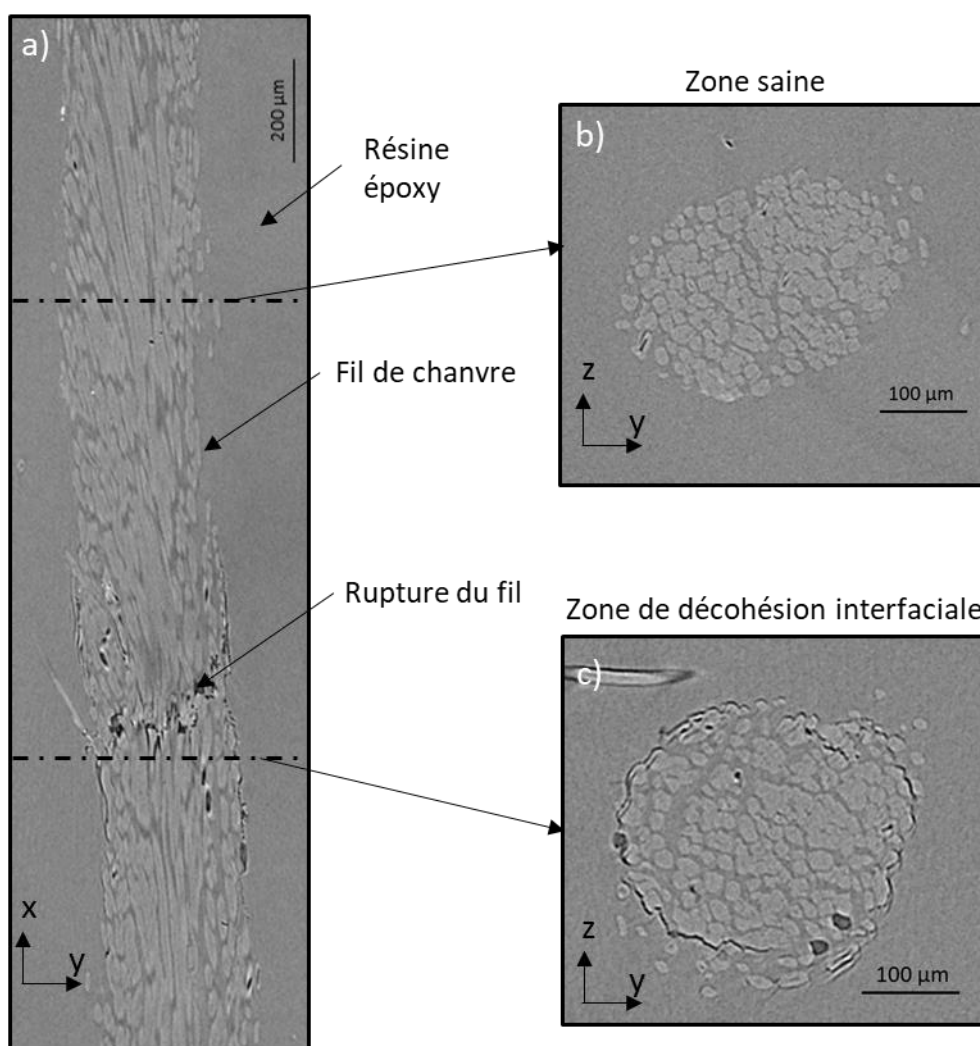


Fig. III.38 : Microtomographie à haute résolution d'une fragmentation dans une éprouvette monofilamentaire chanvre/époxy en conditionnement Ambient.

Nous avons donc mesuré la longueur de cet endommagement interfacial observé par microtomographie, et nous l'avons comparée à la longueur de la zone noire visible à la binoculaire. La figure III.39 présente un exemple de comparaison sur une fragmentation d'une éprouvette monofilamentaire chanvre/époxy.

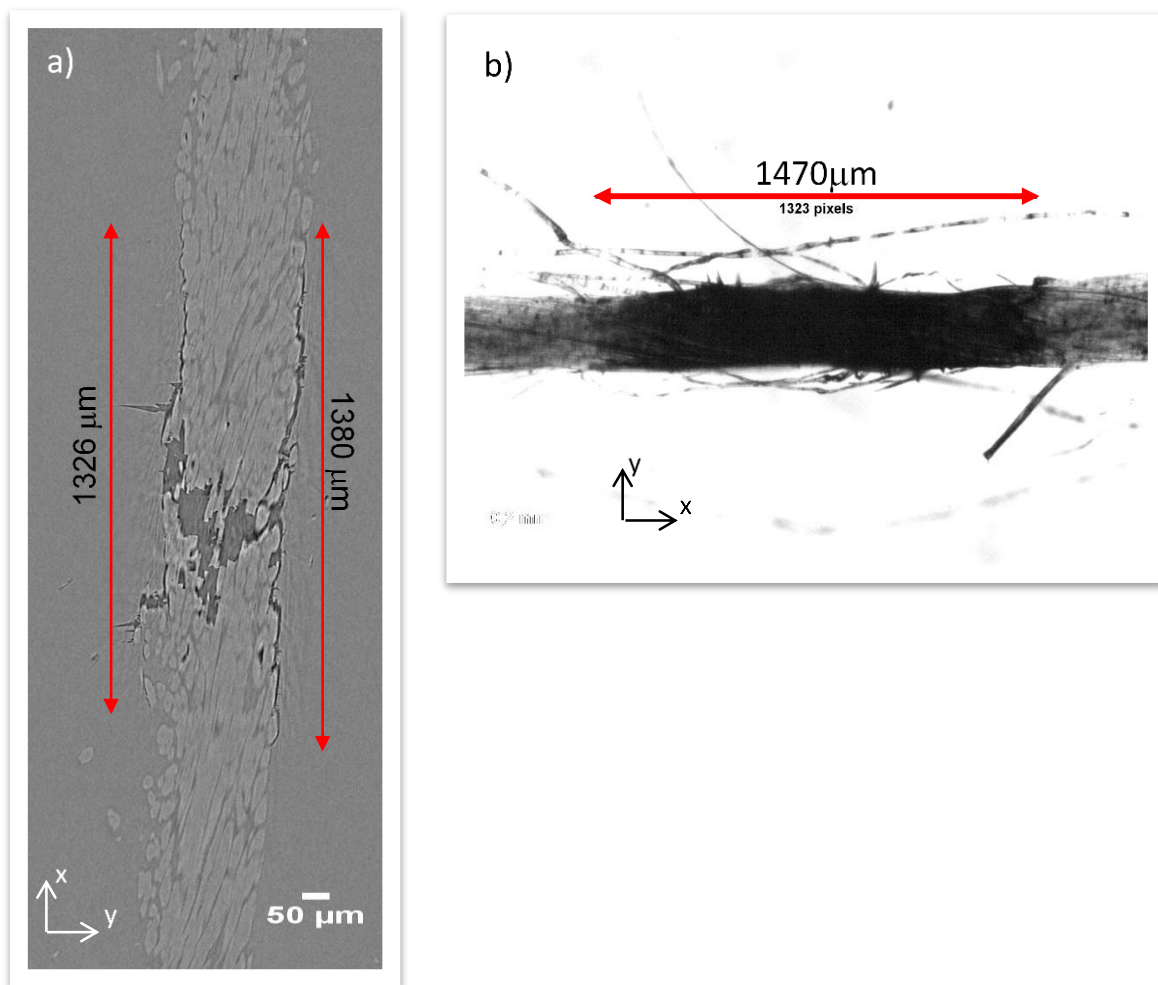


Fig. III.39 : Mesure de l'endommagement interfacial autour d'une fragmentation dans une éprouvette monofilamentaire chanvre/époxy en conditionnement Ambient : a) sur une microtomographie à haute résolution, b) à la binoculaire.

Malgré la très grande différence de support de mesure (lignes noires en microtomographie ou zone noire par binoculaire), on constate qu'on retrouve à peu près les mêmes valeurs quelle que soit la méthode utilisée (Fig. III.39). Ceci permet de démontrer que les zones noires observées à la binoculaire sont bien les décohésions interfaciales fil/matrice qui se sont développées autour de chaque fragmentation. Ainsi, il a été possible de mesurer à la binoculaire les longueurs de décohésion l_d au niveau de chaque fragmentation dans toutes les éprouvettes testées (comme indiqué sur la Fig. III.37).

La figure III.40 présente les résultats obtenus pour les éprouvettes chanvre/époxy en conditionnement Ambient, sous forme de statistique de Weibull.

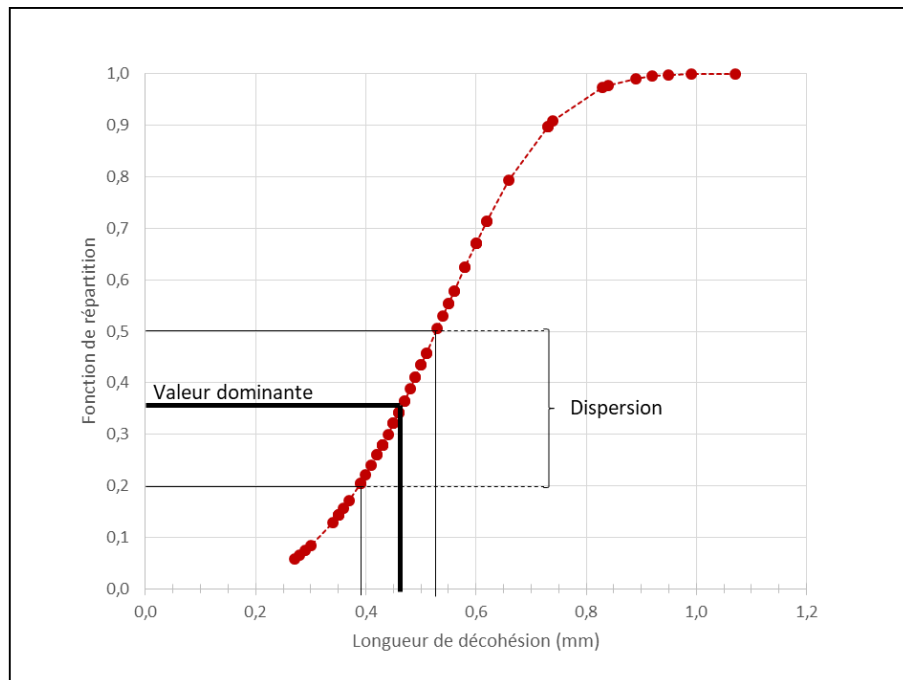


Fig. III.40 : Analyse de Weibull des longueurs de décohésion mesurées autour de chaque fragmentation dans les éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy en conditionnement Ambient.

Cette longueur de décohésion interfaciale, qui caractérise aussi la qualité d'adhésion à l'interface fil/matrice, a donc été trouvée égale à $0,46 \pm 0,07$ mm pour les éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy en conditionnement Ambient (Fig. III.40).

III.2.3.2. Comparaison avec le conditionnement Séché

La même procédure a été appliquée pour des éprouvettes monofilamentaires en conditionnement Séché. Ces éprouvettes avaient subi le même conditionnement Séché que les composites tissés (décrit en II.2). Il a ainsi été possible de comparer les longueurs critiques des fragments mesurés pour le conditionnement Séché et pour le conditionnement Ambient (Fig. III.41), puis de calculer la valeur d'IFSS pour le conditionnement séché, en se basant sur les valeurs obtenues avec un fil séché (Tab. III.8).

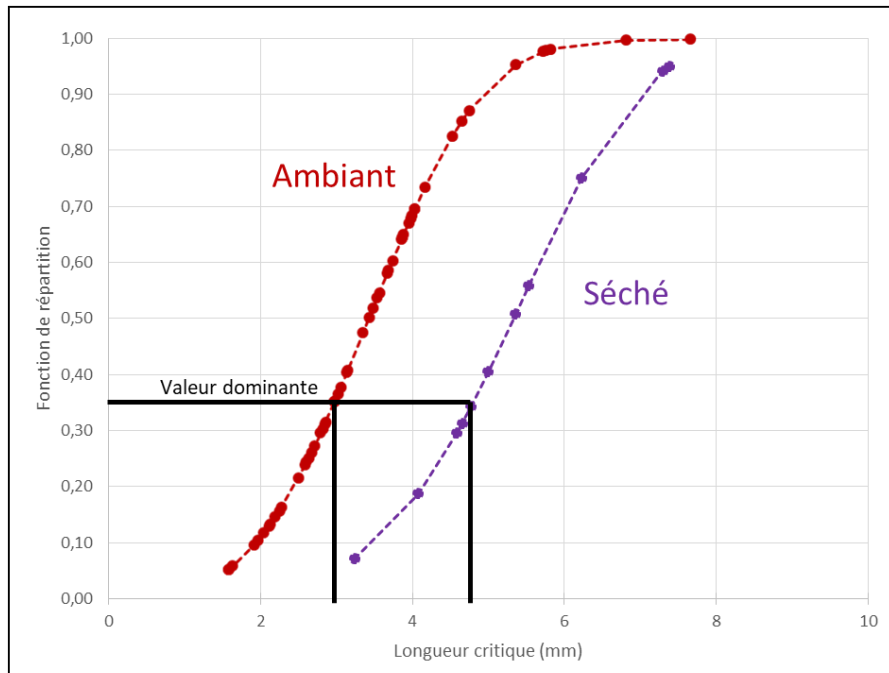


Fig. III.41 : Comparaison des longueurs critiques des fragments mesurées après rupture dans les éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy en conditionnement Ambiant et en conditionnement Séché.

Conditionnement	$\sigma_f^{rup}(L_0)$ (MPa)	α_w	$\sigma_f^{rup}(l_c)$ (MPa)	l_f (mm)	l_c (mm)	IFSS (MPa)
Séché	$231,3 \pm 41,3$	3,78	$281,2 \pm 50$	$3,6 \pm 0,4$	$4,8 \pm 0,6$	9 ± 4

Tab. III.8 : Valeurs pour calculer l'IFSS pour les éprouvettes monofilamentaires en conditionnement Séché.

On constate que les longueurs critiques des fragments sont nettement plus élevées pour les éprouvettes en conditionnement Séché qu'en conditionnement Ambiant, ce qui conduit à une valeur d'IFSS 33% plus faible pour les éprouvettes en conditionnement Séché que pour les éprouvettes en conditionnement Ambiant. Cela signifie que l'interface chanvre/époxy se dégrade de 33% après un vieillissement hydrique suivi d'un séchage.

De plus, les longueurs de décohesion l_d ont également été mesurées autour de chaque rupture de fil dans les éprouvettes de fragmentation en conditionnement Séché. La comparaison des différentes caractéristiques de l'interface fil/matrice pour les conditionnements Séché et Ambiant est présentée sur la figure III.42.

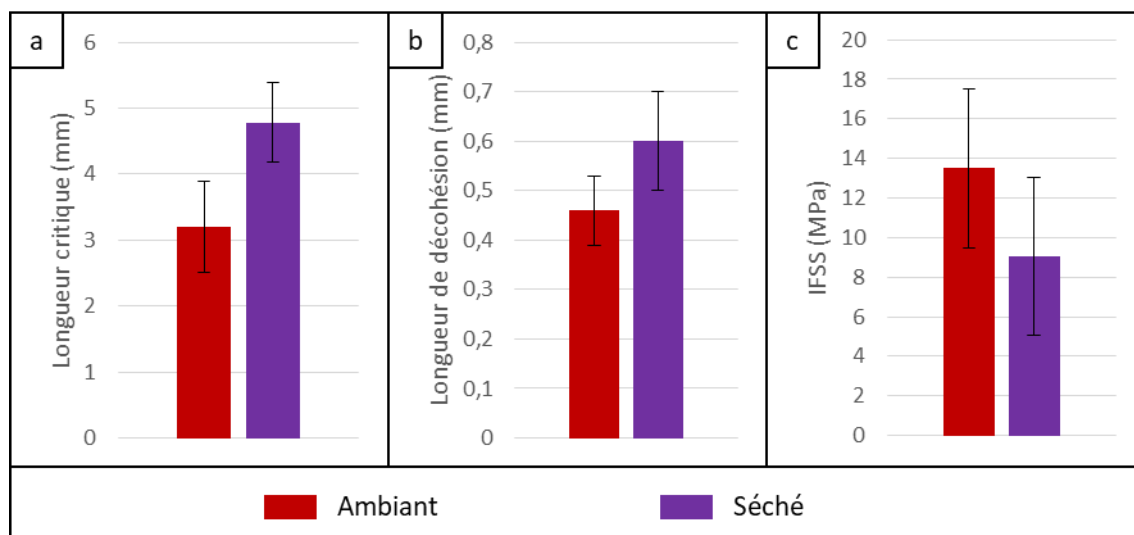


Fig. III.42 : Influence du vieillissement hydrique suivi d'un séchage sur les paramètres d'adhésion interfaciale fil de chanvre/époxy : a) longueurs critiques des fragments, b) longueurs de décohesion interfaciale et c) valeurs d'IFSS.

La figure III.42 montre une dégradation générale de la qualité interfaciale en conditionnement Séché, avec une augmentation des longueurs critiques des fragments et des longueurs de décohesion par rapport au conditionnement Ambiant, ainsi qu'une baisse de la valeur d'IFSS. Ce phénomène a été confirmé par des observations au MEB réalisées sur les faciès de rupture d'éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy après essai de fragmentation pour les deux conditionnements.

Sur les faciès de rupture en conditionnement Ambiant, on peut voir de nombreuses décohésions entre les fibres de chanvre et la matrice, mais cependant il y a relativement peu d'arrachage de fibres sur une grande longueur, les fibres ayant majoritairement rompu dans le plan de rupture de l'éprouvette (Fig. III.43.a). En conditionnement Séché, le faciès de rupture est plus chaotique, car de nombreuses fibres ont été arrachées de la matrice sur une grande longueur, témoignant d'une moins bonne adhésion interfaciale (Fig. III.43.b).

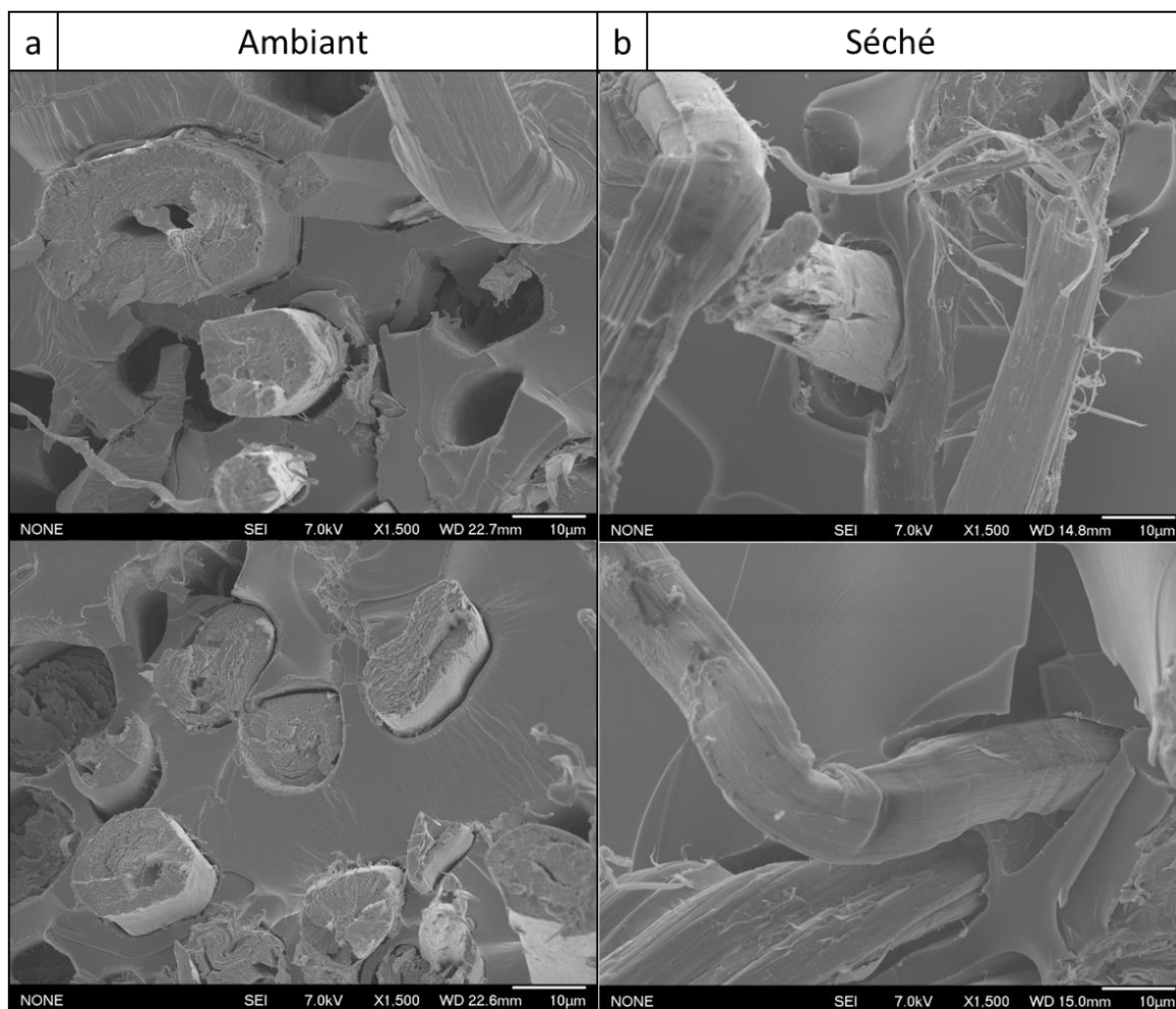


Fig. III.43 : Observations au MEB-FEG des faciès de rupture d'éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy en conditionnement a) Ambient et b) Séché.

Cette dégradation de l'interface joue un rôle significatif sur la baisse des propriétés du composite en conditionnement Séché (comme vu dans la section III.1). Ce résultat montre également l'importance d'optimiser l'adhésion interfaciale pour améliorer les propriétés mécaniques du composite dans toutes les conditions climatiques.

Bilan Chapitre III

Dans ce chapitre, une étude multi-échelle des conséquences du vieillissement hydrique a été menée. Tout d'abord, les effets du conditionnement sur le composite tissé chanvre/époxy ont été analysés. Après avoir effectué un suivi gravimétrique et hygrosopique, des essais de traction ont été réalisés pour trois orientations : $[(0/90)]_7$, $[(90/0)]_7$ et $[(\pm 45)]_7$. Les conditionnements Ambient, RH95, Eau et Séché ont été comparés. Les résultats montrent que le conditionnement Eau est plus critique que le conditionnement RH95, avec une baisse significative du module d'Young. En ce qui concerne le conditionnement Séché, le module d'Young ré-augmente, pour se rapprocher des valeurs en conditionnement Ambient.

Un suivi par émission acoustique in situ et une analyse MEB et micro-tomographique post-mortem ont été effectués pour chaque essai de traction. La classification des évènements acoustiques montre pour chaque type d'éprouvette et chaque conditionnement une majorité d'endommagements matriciels et interfaciaux et une minorité de ruptures de fibre. L'observation des éprouvettes post-mortem par microtomographie permet de mettre en évidence la nature différente des endommagements dans les éprouvettes $[(0/90)]_7$ et $[(\pm 45)]_7$. De plus, le volume d'endommagement a pu être déterminé par segmentation des images. Les résultats montrent que pour un même conditionnement, le volume d'endommagement est toujours supérieur pour l'orientation $[(\pm 45)]_7$. D'autre part, pour une orientation donnée, le volume d'endommagement le plus faible est obtenu pour le conditionnement Ambient, le plus élevé pour le conditionnement Eau et intermédiaire pour le Séché.

Une étude de l'influence du vieillissement hydrique à l'échelle des constituants du composite a ensuite été effectuée. Le comportement plus ductile du composite vieilli dans l'eau se retrouve dans les essais sur la résine seule et le fil seul, avec une contrainte maximale et une rigidité plus faibles. Après séchage, la résine seule et le fil seul regagnent en rigidité et en contrainte maximale sans retrouver les valeurs du conditionnement Ambient, tout comme le composite tissé.

Des tests de fragmentation ont également été réalisés sur des éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy. Un suivi par émission acoustique couplé à des observations en lumière polarisée a permis de mieux comprendre le phénomène de fragmentation dans ce type d'éprouvettes. La valeur de la contrainte maximale de cisaillement à l'interface fil/matrice (IFSS) a ensuite été calculée. De plus, les longueurs de décohésion interfaciale autour de chaque fragmentation du fil ont été analysées par microtomographie et mesurées à la binoculaire. Les valeurs obtenues ont été comparées à celles mesurées sur des éprouvettes monofilamentaires

testées en conditionnement Séché. Les résultats montrent que l'interface fil/matrice est affaiblie après séchage, avec une diminution de l'IFSS de 33%.

L'influence du vieillissement hydrique sur le comportement en fatigue du composite est l'objet du chapitre suivant.

Chapitre IV :

Effet de l'humidité sur le comportement en fatigue

Dans ce chapitre, le comportement en fatigue du composite tissé chanvre/époxy est analysé. Les trois conditionnements Ambient, Eau et Séché seront étudiés et comparés pour les deux orientations $[(0/90)]_7$ et $[(\pm 45)]_7$.

IV.1. Mise en place des essais de fatigue

Le chapitre précédent a permis de déterminer les caractéristiques mécaniques du composite chanvre/époxy en traction, notamment les contraintes à rupture du composite pour les différents conditionnements et orientations. A partir de ces essais de traction, trois niveaux de chargement en fatigue ont été choisis pour chaque orientation. Les essais de fatigue sont effectués à 1 Hz, avec un rapport de charge $R = 0,01$. Le nombre de cycles limite a été défini à 1 million, ce qui correspond à un peu plus de 11 jours d'essai. Tous les essais de fatigue ont été réalisés en enceinte climatique, afin de contrôler le taux d'humidité et la température.

Les essais ont été suivis par émission acoustique à l'intérieur de la chambre climatique. L'enregistrement des émissions acoustiques a été réalisé à l'aide de deux capteurs placés aux extrémités de la zone utile de l'éprouvette, permettant ainsi la localisation des endommagements le long de l'éprouvette pendant tout l'essai de fatigue. La figure IV.1 présente l'exemple d'une éprouvette $[(\pm 45)]_7$ en conditionnement Ambient testée à $\sigma_{max} = 0,6\sigma_{rupt}$.

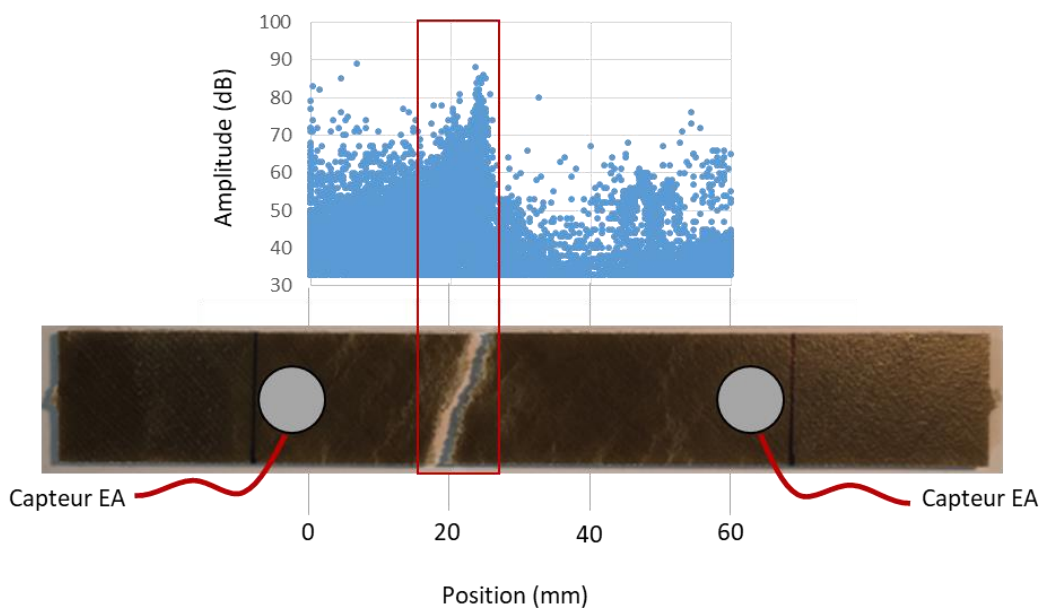


Fig. IV.1 : Localisation des évènements acoustiques lors d'un essai de fatigue sur éprouvette $[(\pm 45)]_7$ en conditionnement Ambient testée à $\sigma_{max} = 0,6\sigma_{rupt}$, et comparaison avec la zone de rupture.

Cette figure montre qu'une accumulation d'évènements acoustiques de forte amplitude est identifiable au niveau de la zone de rupture de l'éprouvette. On peut en déduire que la ruine de l'éprouvette est pilotée par des endommagements créant des évènements acoustiques de forte amplitude, c'est-à-dire des ruptures de fibres.

IV.2. Durées de vie

La réalisation d'essais de fatigue permet d'établir les courbes de durée de vie, également appelées courbes de Wöhler.

IV.2.1. Comparaison avec un composite à fibres de verre

Aujourd'hui, les composites les plus utilisés sont constitués de fibres de verre. Il est donc particulièrement intéressant de comparer le comportement du composite tissé chanvre/époxy de cette étude avec un composite tissé verre/époxy. Pour cela, une comparaison avec les travaux de Zakaria et al. (Zakaria et al., 2016) a été effectuée. Ces travaux ont été choisis comme base de comparaison car ils sont très proches de ceux réalisés dans cette thèse. En effet, Zakaria et al. ont réalisé des essais de fatigue avec une fréquence de 1 Hz et un rapport de charge $R = 0,1$ sur un composite verre/époxy fabriqué par infusion avec des plis de tissu de type toile, pour deux orientations : $0/90$ et ± 45 .

La comparaison des courbes de Wöhler de ces deux matériaux est présentée sur la figure IV.2. Une flèche a été ajoutée sur les symboles correspondant à des échantillons non rompus. Pour la figure IV.2a, on a représenté la contrainte maximale appliquée en grandeur absolue. Les premiers points montrent que la résistance en traction du composite à renfort de verre est plus importante que celle du composite chanvre/époxy. Cette différence d'ordonnée à l'origine va se retrouver tout au long des courbes de durée de vie, avec une durée de vie pour une contrainte donnée toujours plus importante pour le composite verre/époxy que pour le chanvre/époxy, quelle que soit l'orientation (Fig. IV.2.a).

L'orientation a une forte influence sur le comportement en fatigue des deux types de composites, avec une durée de vie pour une contrainte donnée plus importante pour l'orientation $0/90$ que pour l'orientation ± 45 . On notera d'ailleurs que la différence de résistance à la traction suivant l'orientation suit le même ratio pour les deux composites :

$$\frac{(\pm 45)_{\text{verre/époxy}}}{(0/90)_{\text{verre/époxy}}} = \frac{(\pm 45)_{\text{chanvre/époxy}}}{(0/90)_{\text{chanvre/époxy}}} = 0,6$$

Afin de pouvoir comparer la sensibilité à la fatigue des différents échantillons, les courbes de durée de vie ont également été tracées en utilisant les valeurs de la contrainte maximale appliquée en fatigue normée par la contrainte à rupture en traction de chaque orientation et chaque composite (Fig. IV.2.b). Ainsi, la pente de chaque courbe de Wöhler correspond à la sensibilité à la fatigue du matériau considéré. On constate sur cette figure que, pour les deux orientations étudiées, le

composite chanvre/époxy est moins sensible à la fatigue que le composite verre/époxy. Ce résultat est prometteur quant à l'utilisation des renforts de chanvre dans des pièces industrielles soumises à des sollicitations de fatigue. La même tendance avait été observée par Liang et al. (Liang et al., 2012) en comparant un composite lin/époxy et un composite verre/époxy.

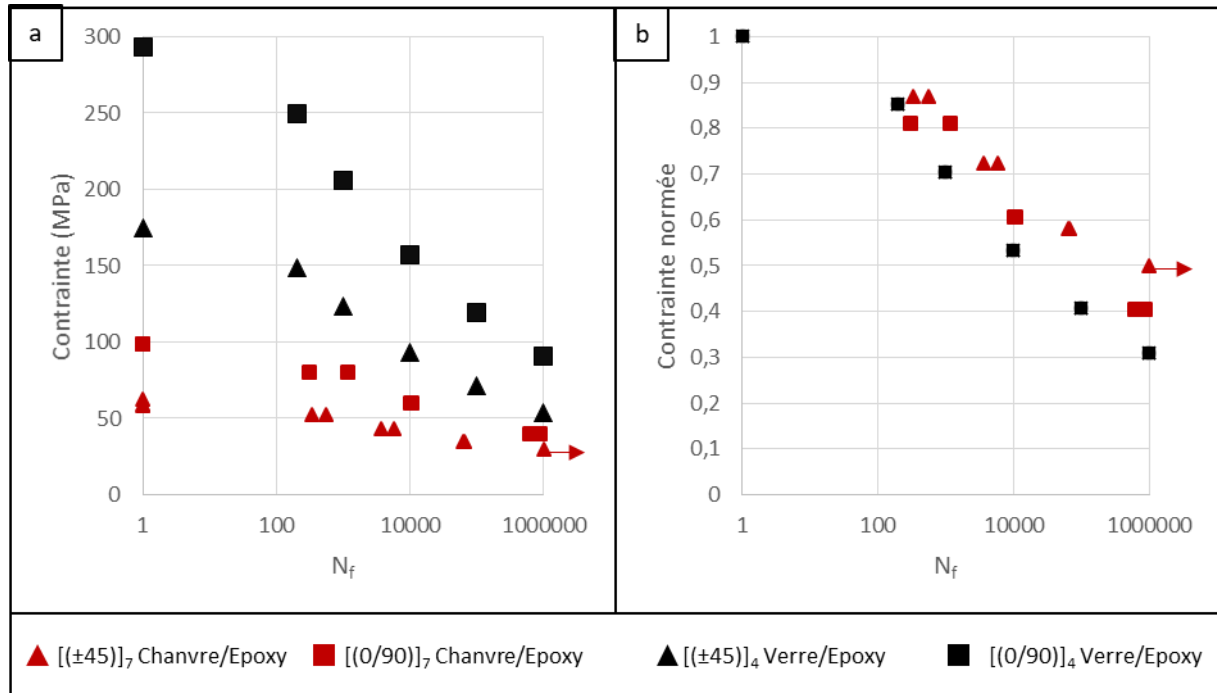


Fig. IV.2 : Courbes de Wöhler pour le composite chanvre/époxy en conditionnement Ambient et le composite verre/époxy de Zakaria et al. (Zakaria et al., 2016) a) en contrainte et b) en contrainte normalisée.

La figure IV.2.b montre également que les résultats obtenus par Zakaria et al. aboutissent à la même sensibilité à la fatigue pour les deux orientations du composite verre/époxy (les carrés noirs sont superposés aux triangles noirs), alors que pour le composite chanvre/époxy étudié ici, l'orientation [(±45)]₇ montre une sensibilité à la fatigue un peu plus faible que l'orientation [(0/90)]₇ (Fig. IV.2.b).

IV.2.2. Influence du conditionnement et modélisation

Toutes les courbes de Wöhler obtenues pour le composite tissé chanvre/époxy, avec les deux orientations et les trois conditionnements, sont présentées figure IV.3. Pour chaque orientation et conditionnement, au moins deux essais de fatigue ont été réalisés pour chaque niveau de contrainte. La première information à extraire de ces graphes est la bonne reproductibilité des durées de vie, avec des variations de durée de vie toujours inférieures à une décade. Plusieurs échantillons ont atteint la limite pré-établie du nombre de cycles à rupture (1 million) sans avoir rompu. Les points correspondants sont représentés avec une flèche.

Pour modéliser la durée de vie des matériaux testés, le modèle d'Epaarachchi et Clausen (Epaarachchi and Clausen, 2003), basé sur le modèle de D'Amore et al. (D'Amore et al., 1996), a été utilisé. Ce modèle phénoménologique à deux paramètres est décrit dans la section I.3.5. L'équation I.8 a été appliquée pour chaque conditionnement en tenant compte de l'orientation du composite dans l'équation. Les courbes de Wölher modélisées (en trait plein) sont superposées aux courbes expérimentales (un point par test) sur les figures IV.3.a,b,c. On observe qu'avec seulement deux paramètres par conditionnement, ce modèle est capable de bien simuler les courbes de Wölher obtenues expérimentalement. La seule exception est pour l'essai de fatigue sur le $[(\pm 45)]_7$ en conditionnement Ambient pour le plus faible niveau de contrainte appliquée : le modèle sous-estime la durée de vie mesurée, qui est supérieure à 1 million de cycles. Il semble donc que, dans ce cas d'étude, ce modèle ait des difficultés pour prédire correctement les très longues durées de vie.

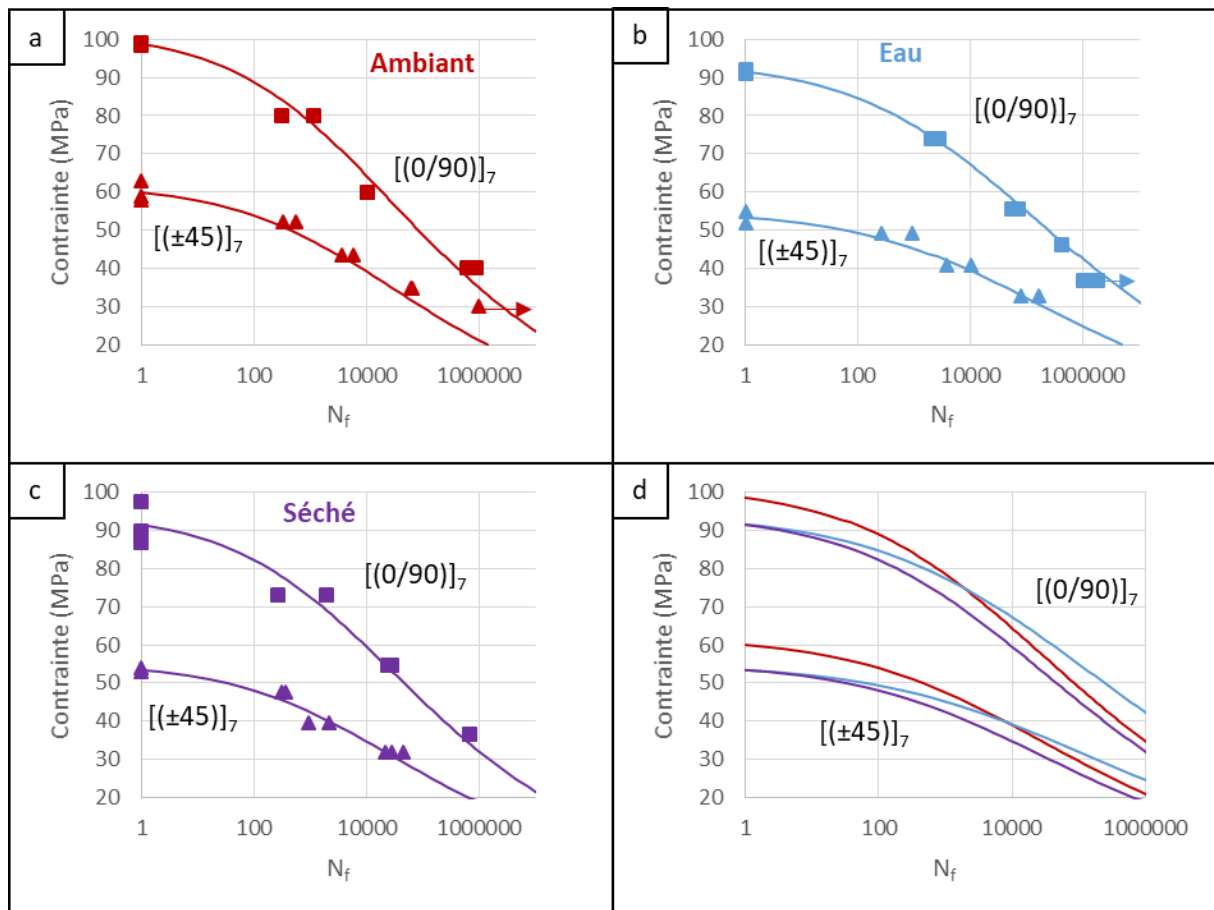


Fig. IV.3 : Courbes de Wölher expérimentales (un point par test) obtenues pour le composite tissé chanvre/époxy et comparaison avec le modèle d'Epaarachchi et Clausen (en trait plein), pour chaque conditionnement : a) Ambient, b) Eau et c) Séché ; d) comparaison de toutes les courbes obtenues par le modèle pour les deux orientations et les trois conditionnements.

Les deux paramètres du modèle d'Epaarachchi et Clausen ont été identifiés pour chaque conditionnement et sont donnés dans le tableau IV.1. Les courbes modélisées correspondantes, pour chaque conditionnement et orientation, sont présentées sur la figure IV.3.d.

	Ambiant	Eau	Séché
α	0,0320	0,0290	0,0320
β	0,3400	0,3025	0,3400

Tab. IV.1 : Valeurs des deux paramètres du modèle d'Epaarachchi et Clausen pour chaque conditionnement.

On constate dans le tableau IV.1 que les paramètres du modèle sont identiques pour les conditionnements Ambient et Séché, alors qu'ils sont plus faibles pour le conditionnement Eau. La comparaison des courbes sur la figure IV.3.d permet d'expliquer ces valeurs : quelle que soit l'orientation, les conditionnements Ambient et Séché ont une sensibilité à la fatigue similaire, alors que le conditionnement Eau présente une sensibilité plus faible. Cependant, la résistance à la traction pour le conditionnement Eau est plus faible que celle obtenue en conditionnement Ambient. Pour les niveaux élevés de contrainte, la durée de vie en fatigue du conditionnement Eau est donc inférieure à celle de l'Ambiant (jusqu'à $0,6\sigma_{rupt}$ pour $[(0/90)]_7$ et $0,75\sigma_{rupt}$ pour $[(\pm 45)]_7$), puis, pour les niveaux plus faibles de contrainte, elle est supérieure à celle de l'Ambiant (Fig. IV.3.d).

En ce qui concerne le conditionnement Séché, il montre la même sensibilité à la fatigue que l'Ambiant, mais avec une résistance en traction correspondant à celle du conditionnement Eau. Le conditionnement Séché se comporte donc comme un conditionnement Ambient dégradé, pré-endommagé. Ainsi, pour un niveau de contrainte donné, le conditionnement Séché présente les durées de vie les plus faibles. Ce conditionnement est donc le plus critique en terme de durée de vie. Ces résultats démontrent l'importance de tester les éco-composites non seulement en milieu humide, mais aussi après séchage.

IV.3. Évolution des grandeurs mécaniques

Tout au long des essais de fatigue, les boucles d'hystérésis ont été enregistrées, permettant de suivre l'évolution de plusieurs grandeurs mécaniques : les déformations minimale et maximale, le module sécant et l'aire des boucles (voir la figure II.15). La figure IV.4 présente les déformations maximales en fonction du nombre de cycles de fatigue pour chaque orientation et chaque niveau de fatigue.

Quelques tendances générales peuvent être tirées de la figure IV.4 : les déformations maximales sont logiquement plus élevées quand le niveau de chargement est plus grand. Les déformations maximales pour un niveau de contrainte donné sont plus importantes pour le conditionnement Eau que pour les autres. Le conditionnement Ambient possède les déformations maximales les plus faibles et le conditionnement Séché est intermédiaire. Ces tendances concordent bien avec les résultats obtenus en traction quasistatique (section III.1.2.1.1) : le composite en conditionnement Eau était le plus ductile, l' Ambient le moins ductile et le Séché présentait un comportement intermédiaire. Il faut toutefois noter que seule la courbe obtenue pour le $[(\pm 45)]_7$ à $0,75 \sigma_{rupt}$ en conditionnement Séché ne suit pas ce schéma général.

On voit également sur la figure IV.4 que l'orientation a une forte influence sur les déformations maximales atteintes lors des essais de fatigue. Les valeurs mesurées pour l'orientation $[(\pm 45)]_7$ sont supérieures à celles atteintes pour l'orientation $[(0/90)]_7$. En particulier, en conditionnement Eau, les déformations maximales des $[(\pm 45)]_7$ sont environ trois fois supérieures à celles des $[(0/90)]_7$.

Les essais de fatigue sont effectués avec un rapport de charge $R = 0,01$, donc avec une contrainte minimale très faible, ce qui permet d'accéder aux déformations résiduelles des éprouvettes pour chaque orientation et niveau de fatigue (Fig. IV.5). Les évolutions des déformations résiduelles en fonction du nombre de cycles suivent les mêmes tendances que les déformations maximales mais avec des valeurs plus faibles. Les déformations résiduelles sont en moyenne deux fois plus faibles que les déformations maximales pour l'orientation $[(0/90)]_7$, et une fois et demi plus faibles pour l'orientation $[(\pm 45)]_7$.

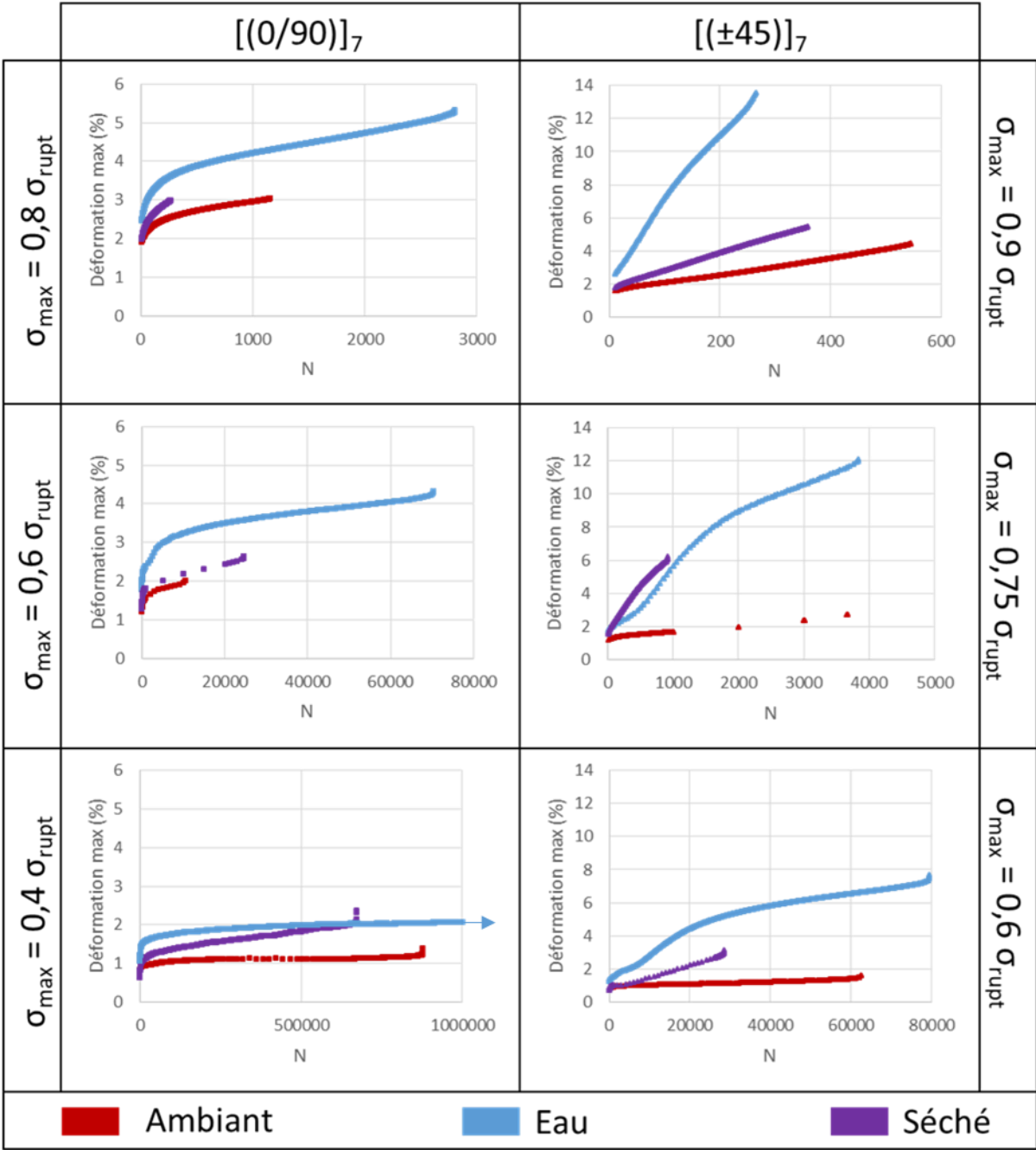


Fig. IV.4 : Evolution des déformations maximales de chaque boucle d'hystérésis tout au long des essais de fatigue sur le composite tissé chanvre/époxy, comparaison des trois conditionnements par orientation et niveau de contrainte.

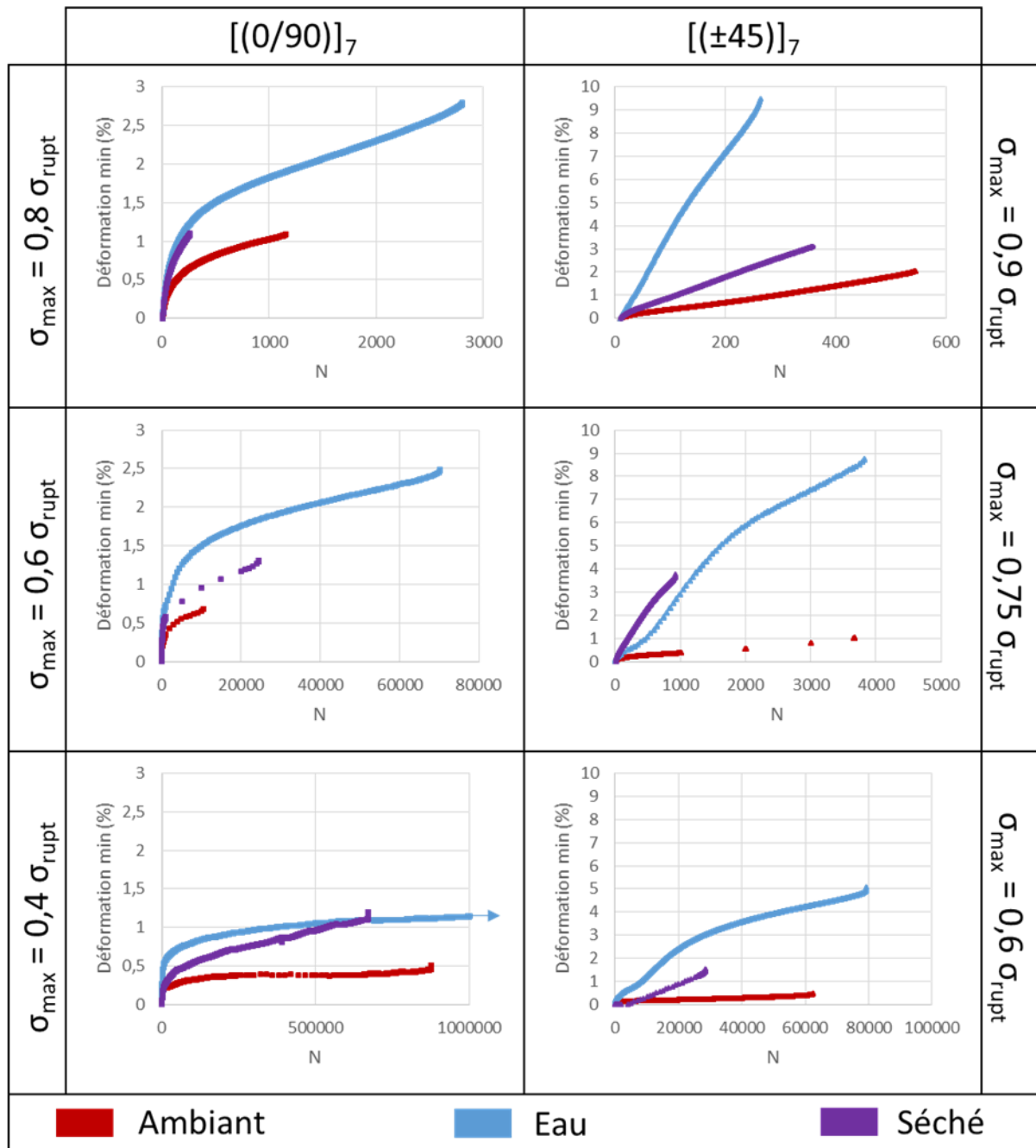


Fig. IV.5 : Evolution des déformations minimales de chaque boucle d'hystérésis tout au long des essais de fatigue sur le composite tissé chanvre/époxy, comparaison des trois conditionnements par orientation et niveau de contrainte.

L'évolution du module sécant normé (E/E_0) au cours des essais de fatigue a également été étudiée et est présentée sur la figure IV.6.

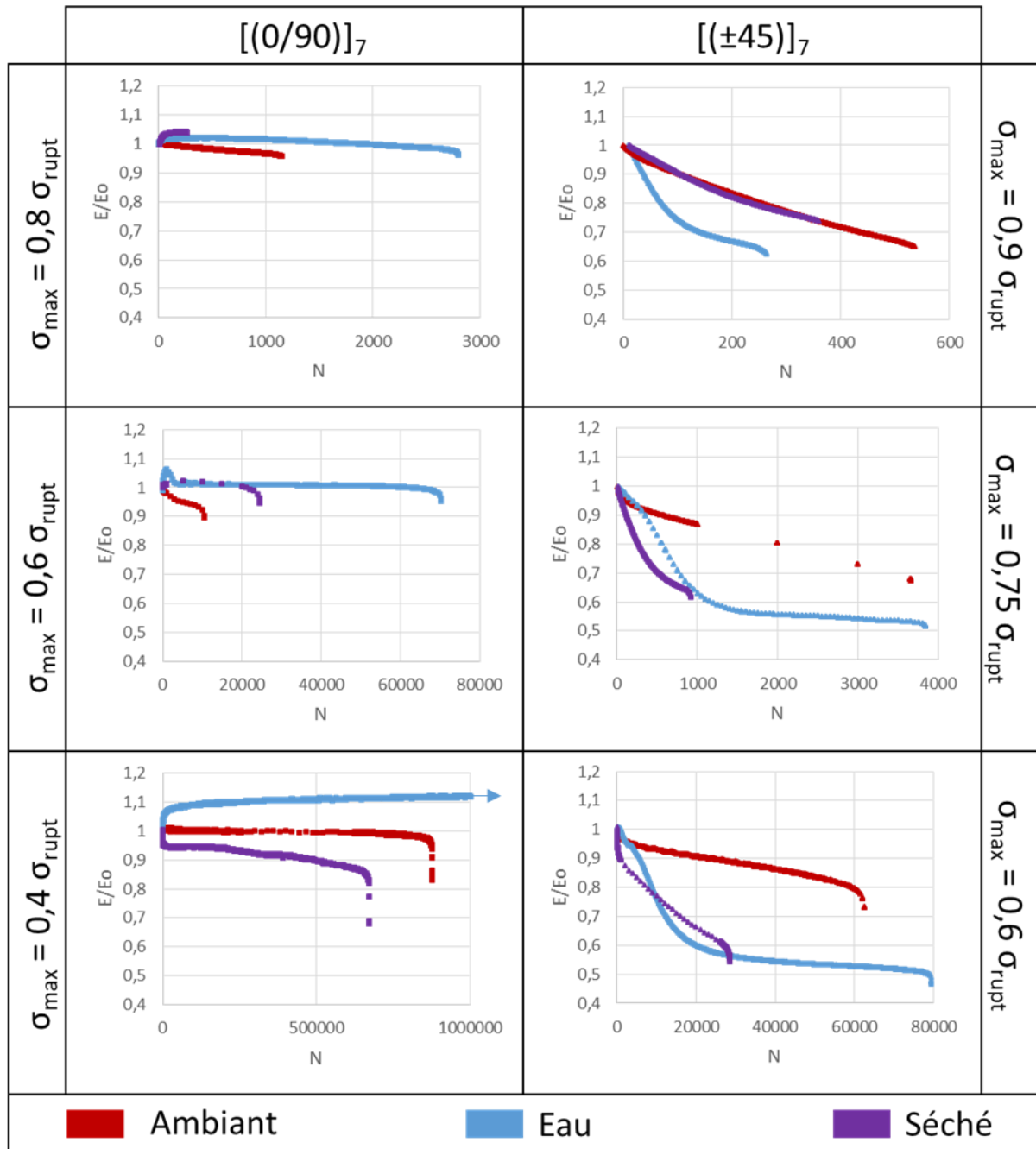


Fig. IV.6 : Evolution du module sécant normé de chaque boucle d'hystérésis tout au long des essais de fatigue sur le composite tissé chanvre/époxy, comparaison des trois conditionnements par orientation et niveau de contrainte.

La figure IV.6 montre que l'évolution de la rigidité des éprouvettes est fortement influencée par l'orientation du composite. L'orientation $[(0/90)]_7$ ne présente qu'une faible modification de la rigidité durant l'essai comparativement à l'orientation $[(\pm 45)]_7$, pour laquelle la chute de rigidité atteint même environ 50% en fin d'essai pour le conditionnement Eau.

Les courbes d'évolution du module sécant montrent trois domaines distincts au cours des essais de fatigue, comme cela a été montré pour d'autres composites (de Vasconcellos et al., 2014; Malpot et al., 2016; Van Paepegem, 2002) :

- Zone I : Zone avec forte variation de rigidité en début d'essai,
- Zone II : Zone à niveau constant ou linéaire,
- Zone III : Zone avec forte diminution de la rigidité juste avant la rupture.

Les éprouvettes $[(\pm 45)]_7$ en conditionnement Eau possèdent une zone I beaucoup plus étendue, de l'ordre de 30% du nombre total de cycles contre seulement 2% pour les autres configurations. D'autre part, une augmentation du module sécant en cours d'essai pour les éprouvettes $[(0/90)]_7$ en conditionnement Eau peut être observée. Ce phénomène s'explique probablement par la forte ductilité de la matrice vieillie dans l'eau qui autorise un réaligement des fils de chaîne en cours d'essai et donc une augmentation de la rigidité. Ce phénomène est également visible pour les éprouvettes $[(0/90)]_7$ en conditionnement Séché pour les deux plus hauts niveaux de chargement.

L'aire des boucles d'hystérésis correspondant à chaque cycle au cours des essais de fatigue a également été déterminée. Les évolutions obtenues dans chaque configuration sont présentées sur la figure IV.7.

Plus le niveau de contrainte appliquée est faible, plus l'aire des boucles est faible, quel que soit le conditionnement ou l'orientation. Cela est dû aux contraintes extrémales plus faibles, qui mènent logiquement à des boucles plus petites, donc d'aires plus faibles. Ainsi l'énergie dissipée lors de chaque cycle croît avec la contrainte maximale appliquée.

Les courbes obtenues pour les éprouvettes $[(0/90)]_7$ montrent une diminution de l'énergie dissipée par cycle en fin d'essai par rapport au début de l'essai. Les courbes pour les $[(\pm 45)]_7$ présentent la tendance inverse : l'énergie dissipée en fin d'essai est globalement plus élevée que celle en début d'essai. De plus, l'évolution pour le conditionnement Eau des $[(\pm 45)]_7$ a une allure distincte, avec un pic d'augmentation vers le début de l'essai. Ce phénomène peut être dû à un endommagement précoce des éprouvettes $[(\pm 45)]_7$ en conditionnement Eau, car dans cette configuration les interfaces sont fortement sollicitées en cisaillement et ont été préalablement fragilisées par le vieillissement hydrique.

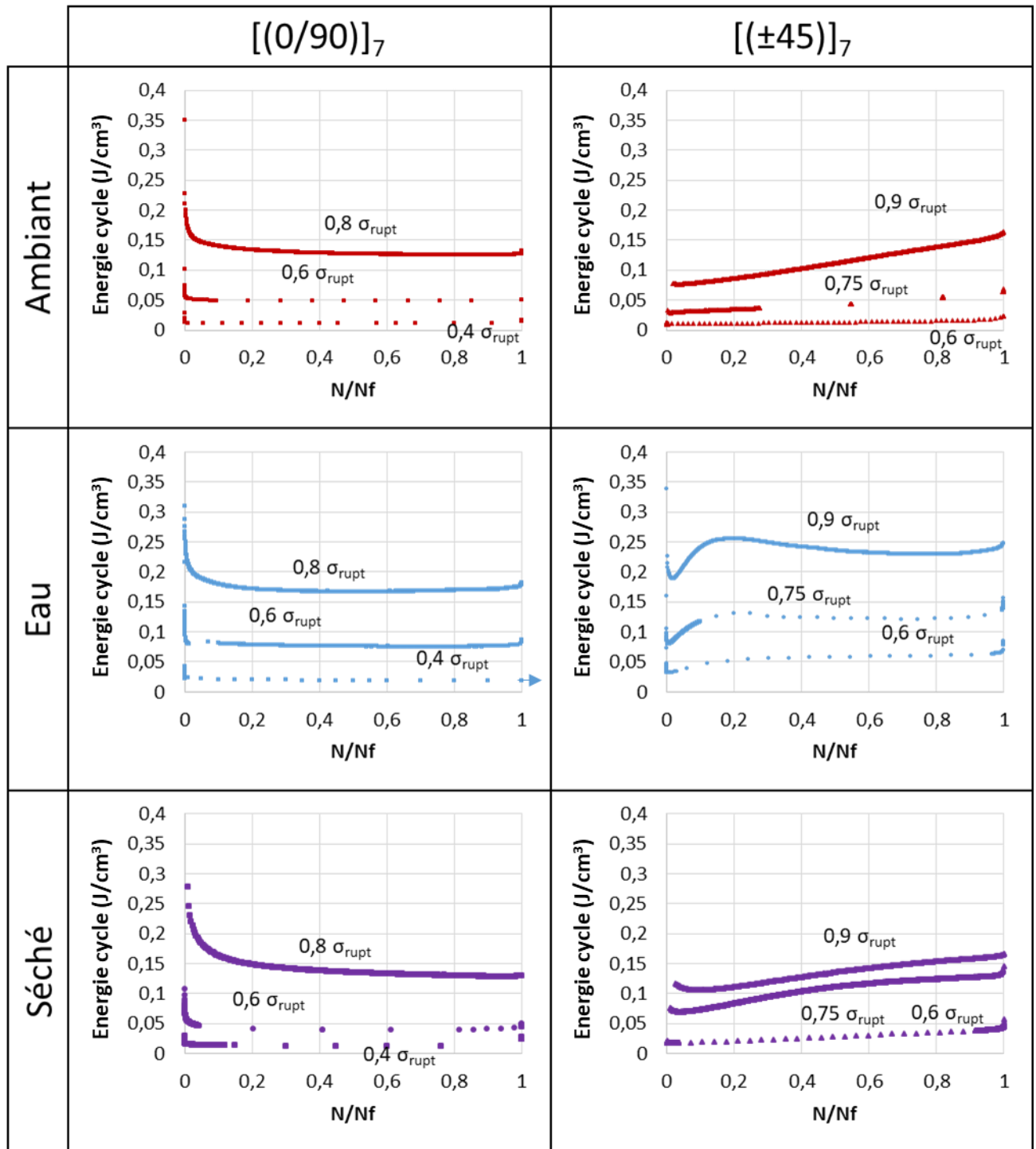


Fig. IV.7 : Evolution de l'aire de chaque boucle d'hystérésis tout au long des essais de fatigue sur le composite tissé chanvre/époxy, comparaison des trois conditionnements par orientation et niveau de contrainte.

Une analyse plus poussée de l'endommagement est présentée dans la section suivante.

IV.4. Analyse des endommagements

L'analyse des endommagements en fatigue a été réalisée in situ par émission acoustique et post-mortem par microtomographie.

IV.4.1. Analyse globale de l'activité acoustique

L'analyse globale de l'activité acoustique permet d'identifier les cinétiques d'endommagement. La figure IV.8 compare pour les trois niveaux de chargement le nombre cumulé d'évènements acoustiques en fonction du nombre de cycles pour chaque orientation et chaque conditionnement. Sur les deux axes, les valeurs ont été normées par la valeur atteinte à rupture.

On constate que pour le plus haut niveau de chargement, la cinétique d'endommagement est quasi linéaire quels que soient l'orientation et le conditionnement. En effet, pour les fortes contraintes appliquées, les phénomènes de fatigue n'ont pas vraiment le temps de se mettre en place. À l'inverse, pour les faibles niveaux de chargement, les courbes obtenues sont systématiquement incurvées, soulignant ainsi l'évolution des mécanismes d'endommagement par fatigue au cours de l'essai. Enfin, les niveaux de chargement moyens montrent une cinétique d'endommagement intermédiaire.

Pour l'orientation $[(0/90)]_7$, les conditionnements Ambient et Eau ont les mêmes allures, avec une cinétique d'endommagement plus rapide en début d'essai, puis qui ralentit (si on excepte les tout derniers cycles qui mènent à la rupture). Cette tendance est d'autant plus marquée que le niveau de contrainte appliquée est faible. Après séchage, la concavité change avec une cinétique d'endommagement plus lente en début d'essai et qui s'accélère en fin d'essai. Une explication possible est que les endommagements nécessitant peu d'énergie, c'est-à-dire ceux qui devraient apparaître dès le début de l'essai de fatigue, ce sont en fait déjà produits pendant le séchage (voir Fig. III.4), et ne sont donc pas enregistrés pendant l'essai de fatigue.

Pour l'orientation $[(\pm 45)]_7$, les mêmes tendances que pour l'orientation $[(0/90)]_7$ sont observées, sauf pour le conditionnement Ambient. Cela peut être dû au fait que l'interface à 90° est moins résistante que celle à 45° . L'endommagement pour de faibles niveaux de contrainte sera donc plus précoce pour l'orientation $[(0/90)]_7$ que pour l'orientation $[(\pm 45)]_7$, d'où la différence de concavité des courbes obtenues. Pour le conditionnement Eau, la cinétique d'endommagement est rapide dès le début de l'essai car le matériau a été dégradé par le vieillissement hydrique. Enfin,

pour le conditionnement Séché, les premiers endommagements ont déjà eu lieu lors du séchage et la cinétique d'endommagement lors des premiers cycles est donc moins importante.

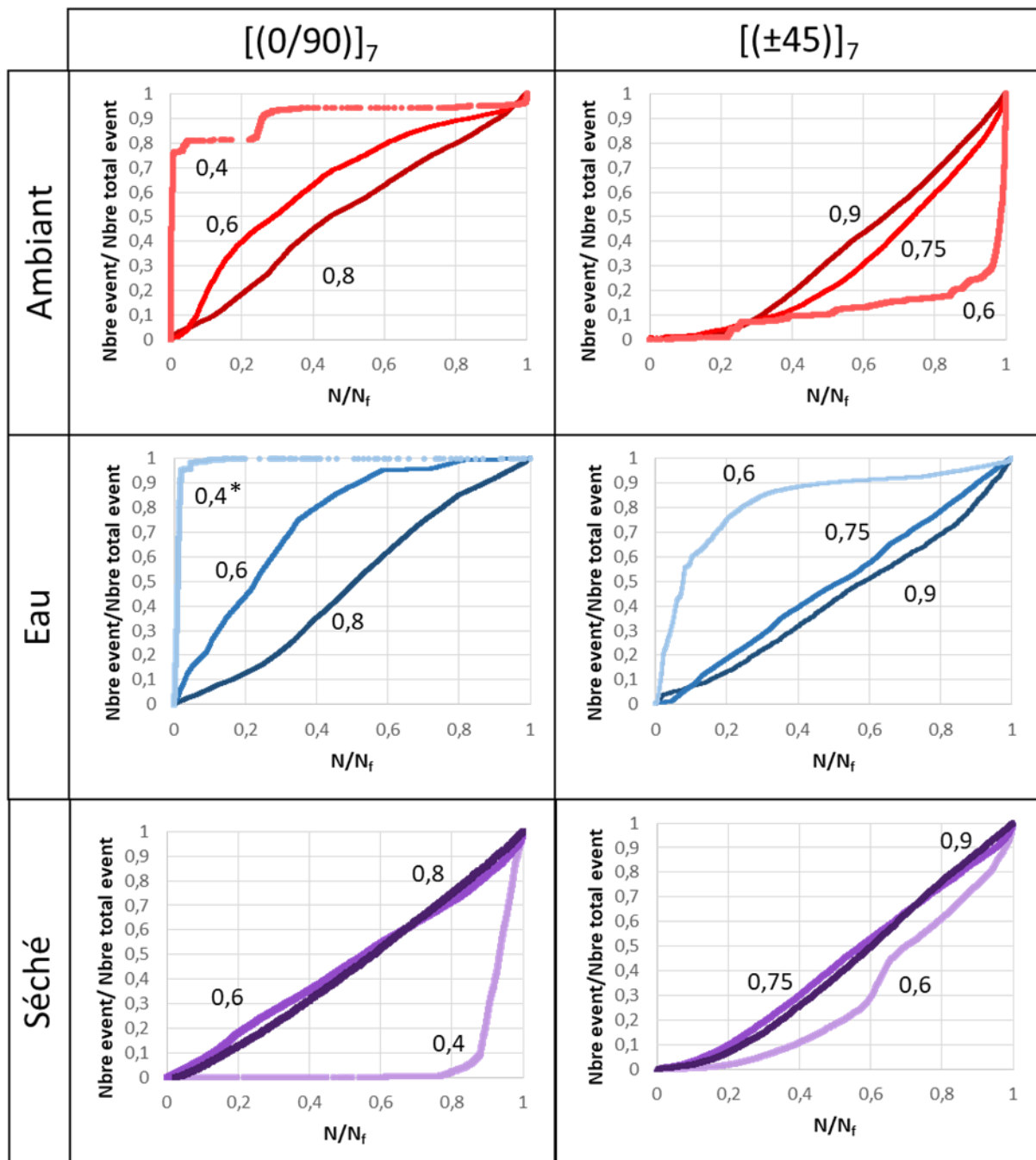


Fig. IV.8 : Nombre cumulé d'évènements acoustiques normé par le nombre total d'évènements en fonction du nombre normé de cycles de fatigue selon l'orientation et le conditionnement du composite tissé chanvre/époxy (* : éprouvette non rompue).

En plus des cinétiques d'endommagement, l'émission acoustique permet de faire un bilan de l'énergie acoustique émise par une éprouvette durant tout l'essai de fatigue. Il est ainsi possible,

connaissant le nombre de cycles total appliqué à l'éprouvette, de déterminer l'énergie acoustique moyenne créée par l'endommagement du matériau au cours d'un cycle de fatigue. Les résultats sont présentés dans le tableau IV.2. La tendance observée est très logique et se retrouve pour les deux orientations et les trois conditionnements : plus le niveau de contrainte maximale appliquée en fatigue est élevé, plus l'énergie acoustique par cycle est importante.

La comparaison entre les grandeurs mécaniques enregistrées tout au long des essais de fatigue et les données acoustiques peut être effectuée via les paramètres énergétiques. En effet, d'une part l'énergie mécanique dissipée par l'éprouvette lors de chaque cycle de fatigue peut se déterminer en calculant l'aire de chaque boucle d'hystérésis ; et d'autre part, l'enregistrement des émissions acoustiques permet de quantifier l'énergie acoustique libérée par les endommagements tout au long de l'essai de fatigue. La comparaison de l'évolution de ces deux paramètres énergétiques au cours des essais de fatigue est présentée sur la figure IV.9. A titre d'exemple, on a représenté les courbes obtenues pour les niveaux de contrainte appliquée les plus faibles, c'est-à-dire $0,6\sigma_{rupt}$ pour l'orientation $[(\pm 45)]_7$ et $0,4\sigma_{rupt}$ pour l'orientation $[(0/90)]_7$.

Orientation	Conditionnement	Contrainte max / Contrainte rupt	Energie absolue finale cumulée (aJ)	Nf	Energie/Nf (aJ)
$[(0/90)]_7$	Ambiant	0,8	10906299	1158	9418
		0,6	12365879	10549	1172
		0,4	8186139	876199	9
	Eau	0,8	35282118	2804	12583
		0,6	164570468	70238	2343
		0,4	32671649	1000000	33
	Séché	0,8	9843389	264	37286
		0,6	58784658	24555	2394
		0,4	8081164	670869	12
$[(\pm 45)]_7$	Ambiant	0,9	2195096	547	4013
		0,75	11199853	3670	3052
		0,6	8612758	62612	138
	Eau	0,9	8865980	265	33457
		0,75	3861120	3837	1006
		0,6	8560978	79417	108
	Séché	0,9	6604723	359	18398
		0,75	6390785	920	6947
		0,6	62993042	28434	2215

Tab. IV.2 : Valeurs d'énergie acoustique cumulée enregistrées à la fin des essais de fatigue sur le composite tissé chanvre/époxy pour une éprouvette de chaque niveau de contrainte appliquée, chaque orientation et chaque conditionnement. Nombre de cycles à rupture correspondant et valeur calculée de l'énergie acoustique par cycle.

(* : éprouvette non rompue)

Les résultats montrent une évolution globale voisine pour les deux paramètres énergétiques au cours des essais de fatigue quels que soient le conditionnement et l'orientation (Fig. IV.9). Cette comparaison permet de mettre en évidence que les mesures mécaniques et acoustiques sont sensibles aux mêmes phénomènes d'endommagement et permettent toutes les deux de déterminer l'évolution de l'endommagement dans le matériau.

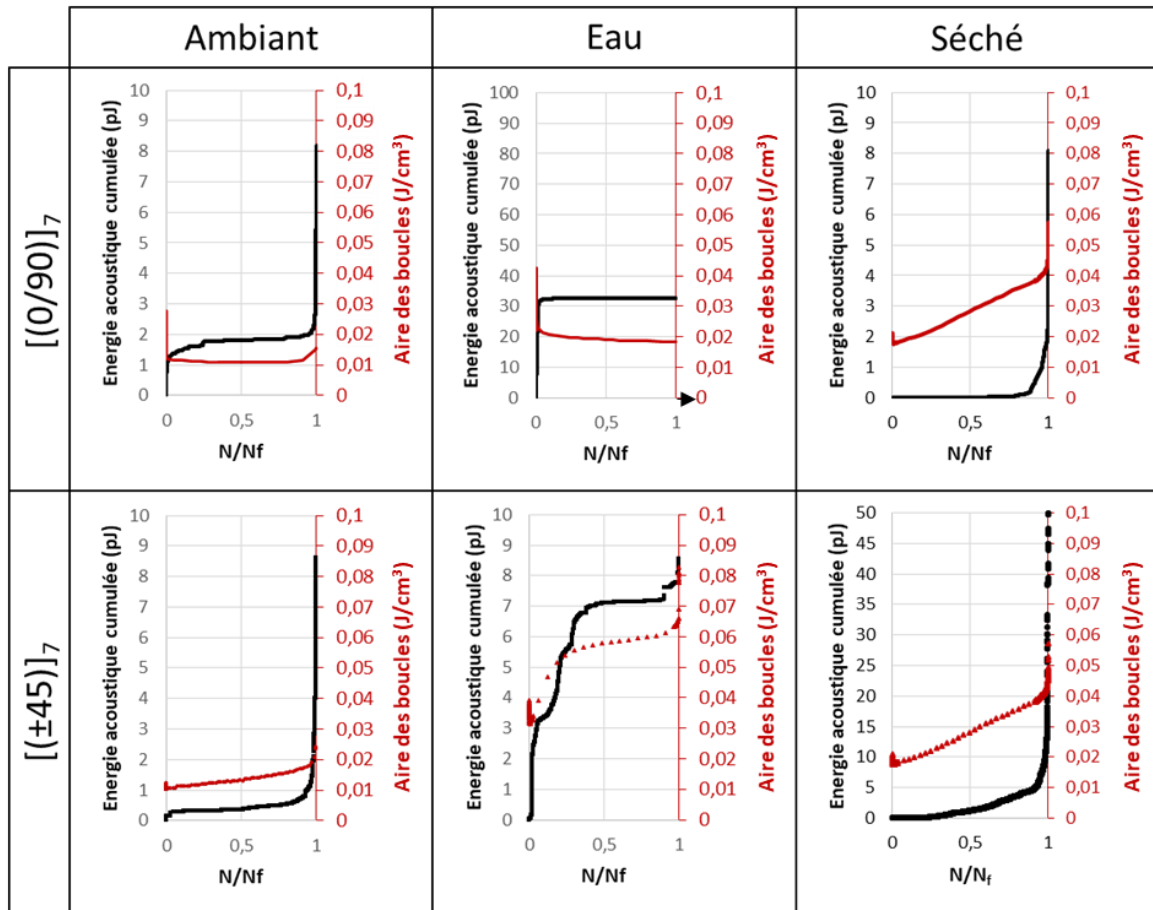


Fig. IV.9 : Comparaison des évolutions au cours d'un essai de fatigue de l'énergie acoustique émise et de l'énergie mécanique dissipée, pour les essais de fatigue à $0,6\sigma_{rupt}$ pour l'orientation $[(\pm 45)]_7$ et à $0,4\sigma_{rupt}$ pour l'orientation $[(0/90)]_7$ avec les trois conditionnements.

Pour poursuivre l'analyse des émissions acoustiques, une classification des évènements acoustiques a été réalisée par l'algorithme des k-moyennes, comme décrit dans la section II.3.3.3. Les trois classes identifiées correspondent chacune à un type d'endommagement (endommagement matriciel, interfacial et rupture de fibres). Elles ont ensuite été comparées via les cinq descripteurs retenus pour décrire les signaux acoustiques (l'amplitude, l'énergie absolue, le nombre de coups, la durée et le temps de montée). La figure IV.10 présente sous forme de diagrammes en étoile les comparaisons des classes obtenues pour différents orientations, niveaux de chargement et conditionnements.

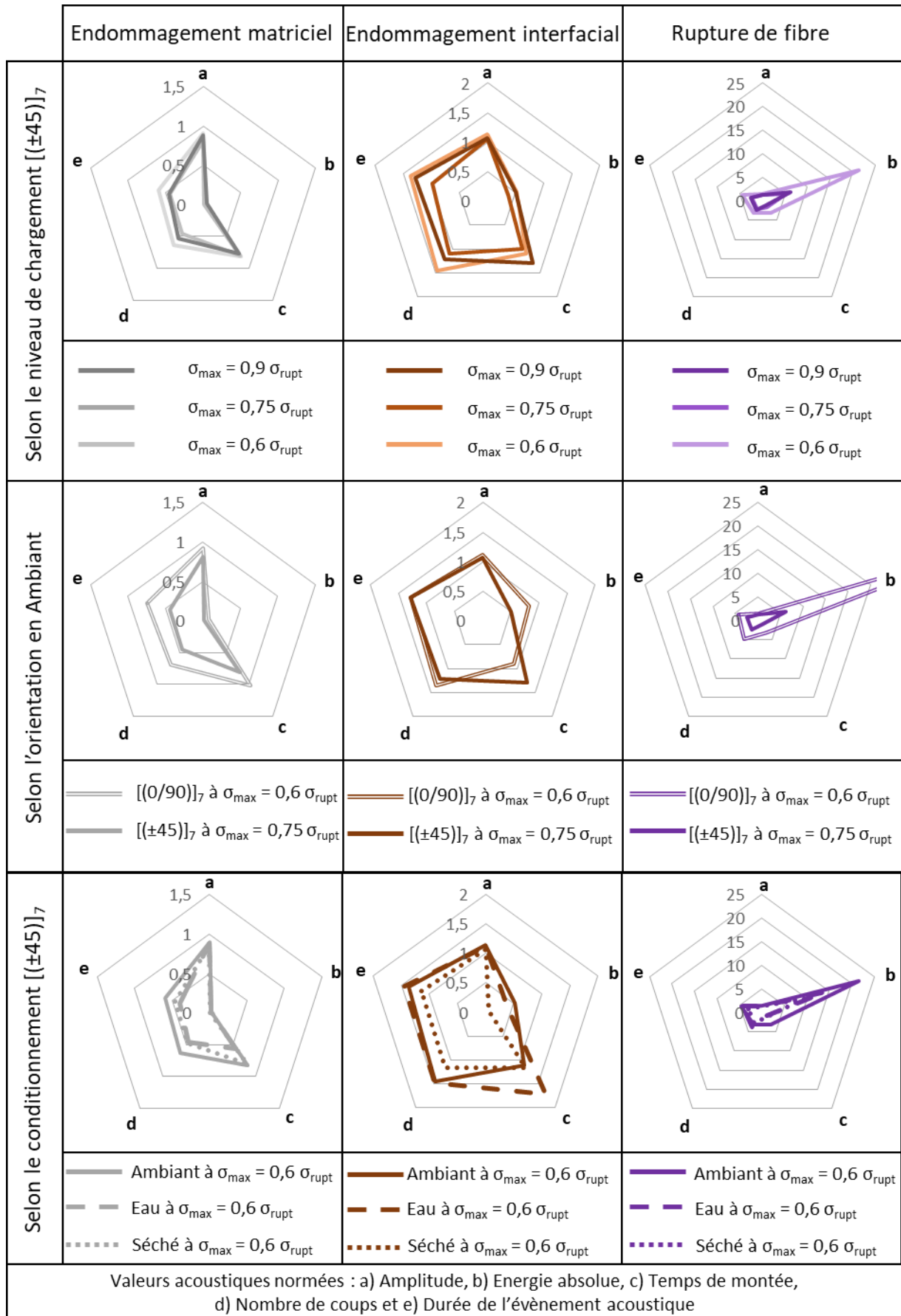


Fig. IV.10 : Comparaison des différents diagrammes en étoile correspondant aux trois classes d'endommagement obtenues par émission acoustique lors des essais de fatigue sur le composite tissé chanvre/époxy pour différents niveaux de chargement, orientations et conditionnements.

La figure IV.10 met en évidence la bonne reproductibilité des classes correspondant aux endommagements matriciels et interfaciaux quel que soit le chargement, l'orientation et le conditionnement. Pour la classe correspondant aux ruptures de fibres, une certaine disparité peut être notée, notamment concernant l'énergie absolue. Cette disparité est due à la forte valeur énergétique de chaque rupture de fibre et au faible nombre d'endommagements de cette classe. La signature des classes reste cependant proche pour tous les niveaux de chargement, orientations et conditionnements. Cela valide donc la méthode de classification développée dans cette thèse pour analyser les signaux acoustiques dans toutes les configurations étudiées.

IV.4.2. Les différents endommagements pour l'orientation $[(0/90)]_7$

L'analyse des différents endommagements créés par la fatigue dans les éprouvettes $[(0/90)]_7$ a été réalisée à partir des émissions acoustiques et des scans de microtomographie.

La classification des événements acoustiques permet de suivre la cinétique d'apparition de chaque type d'endommagement dans les échantillons. Sur la figure IV.11 sont tracées les évolutions du nombre d'événements acoustiques de chaque classe en fonction du nombre de cycles de fatigue, en valeurs normées.

On constate que pour le plus haut niveau de contrainte appliquée, l'ordre de prédominance de chaque type d'endommagement est identique, avec une majorité d'endommagement matriciel, suivi de l'endommagement interfacial et en moindre quantité les ruptures de fibres.

Pour le conditionnement Ambient, on observe sur la figure IV.11 que l'endommagement majoritaire reste l'endommagement matriciel lorsque le niveau de contrainte appliquée diminue, suivi de l'endommagement interfacial qui se développe également tout au long de l'essai. On notera qu'en durée de vie relative, ces deux types d'endommagement sont de plus en plus précoces lorsque la contrainte diminue. Les ruptures de fibres quant à elles n'apparaissent qu'en toute fin d'essai quelle que soit la contrainte appliquée, menant rapidement à la rupture.

En ce qui concerne le conditionnement Eau, le comportement est très différent. En effet, dans ce cas, l'endommagement interfacial devient de plus en plus prédominant lorsque le niveau de chargement diminue. Les endommagements interfaciaux interviennent de plus en plus tôt avec

la diminution du niveau de contrainte, et sont probablement dus à la fragilisation des interfaces à cause du vieillissement hydrique. Les ruptures de fibres prennent également une proportion plus importante quand le niveau de contrainte diminue, au contraire des endommagements matriciels. Pour ce qui est de l'essai à $0,4\sigma_{rupt}$, on observe qu'aucun nouvel évènement acoustique n'est enregistré après les endommagements des premiers cycles. Cela explique que l'éprouvette n'a pas rompu même après un million de cycles.

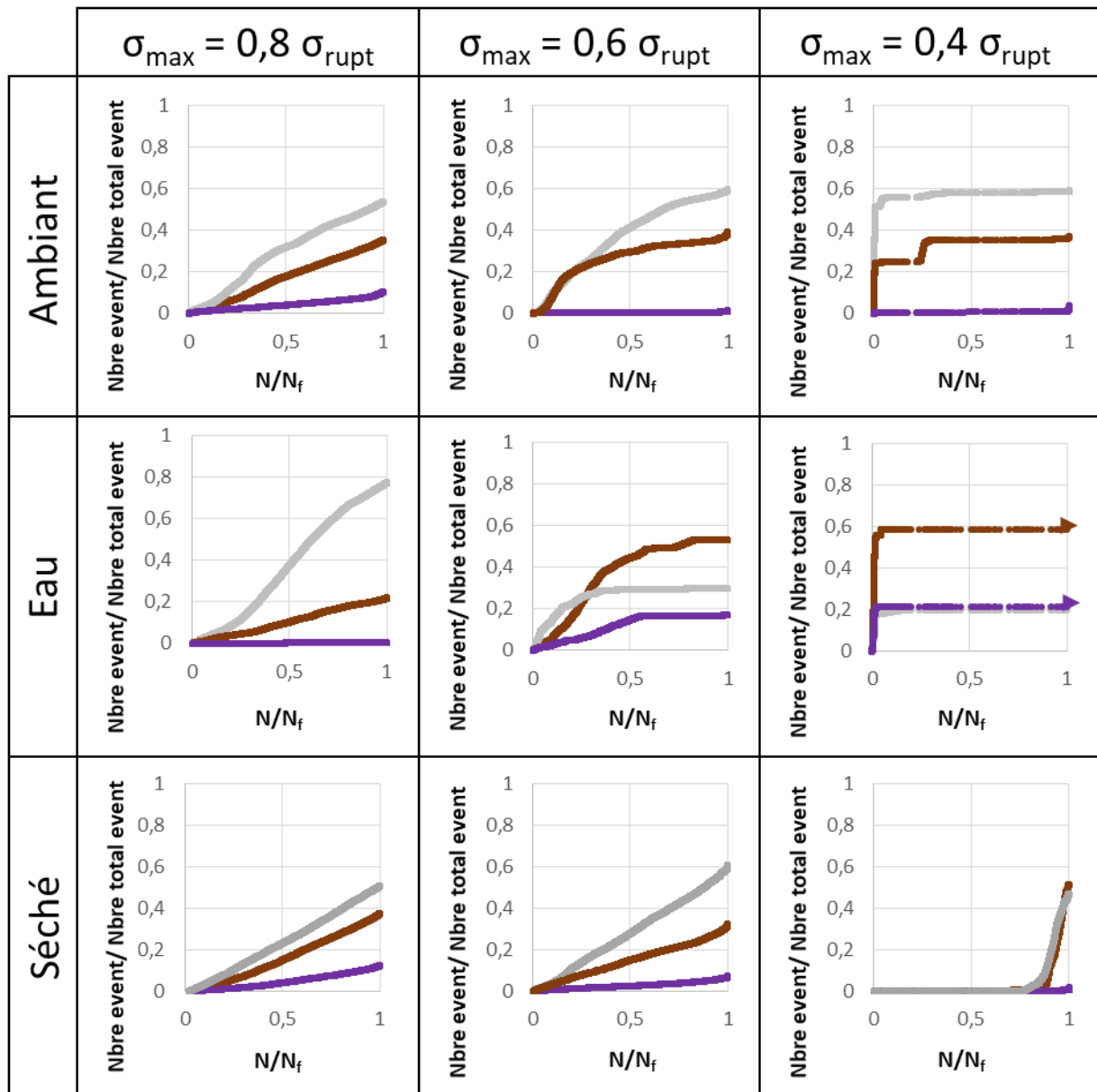


Fig. IV.11 : Nombres cumulés relatifs d'évènements acoustiques de chaque classe en fonction du nombre normé de cycles de fatigue pour le composite tissé chanvre/époxy avec l'orientation $[(0/90)]_7$ selon le conditionnement et le niveau de chargement.

Les éprouvettes [(0/90)]₇ en conditionnement Séché présentent la même cinétique d'endommagement progressive et la même prédominance de type d'endommagement pour les essais de fatigue réalisés à 0,8 et 0,6 σ_{rupt} (Fig. IV.11). Pour le niveau de contrainte appliquée le plus faible, à 0,4 σ_{rupt} , on constate que la cinétique d'endommagement est modifiée. Quel que soit le type d'endommagement, il ne va se développer qu'en fin d'essai, à commencer par les endommagements matriciels et interfaciaux qui débutent vers 80 % de la durée de vie et progressent de manière identique, puis les ruptures de fibres, qui n'interviennent qu'en toute fin d'essai et provoquent la rupture de l'échantillon. Ce phénomène est probablement lié au fait que les premiers endommagements se sont produits pendant le séchage (Fig. III.4), et ne sont donc pas présents dans les enregistrements réalisés pendant l'essai de fatigue.

Bien que le nombre d'évènements acoustiques donne des informations sur les endommagements qui interviennent lors d'un essai de fatigue, il est également intéressant d'y associer la notion de criticité des endommagements. La figure IV.12 permet de comparer les endommagements enregistrés dans les [(0/90)]₇ en fonction de leur proportion d'énergie acoustique cumulée, enregistrée en fin d'essai.

La figure IV.12 montre que pour tous les conditionnements et tous les niveaux de contrainte, l'endommagement majoritaire en énergie est la rupture de fibres, suivi de l'endommagement interfacial, qui occupe une proportion importante notamment pour le conditionnement Eau. Les ruptures de fibres sont donc le type d'endommagement le plus critique, menant à la rupture de l'échantillon et à l'origine de la plus grande proportion énergétique enregistrée par émission acoustique.

Après les essais de fatigue, pour chaque conditionnement et chaque niveau de contrainte, des éprouvettes [(0/90)]₇ ont été scannées par microtomographie à rayon X avec une résolution de 15 μ m. Cette résolution d'image détermine la dimension minimale des défauts pouvant être détectés. La figure IV.13 permet de comparer, pour l'ensemble des configurations, une image prise au cœur de l'éprouvette, dans le plan XY. On retrouve bien la faible proportion de porosités dans les composites testés, mis à part pour l'éprouvette en conditionnement Séché testée à 0,4 σ_{rupt} . Toutefois, il a été vérifié en réalisant un autre essai de fatigue dans la même configuration que la présence de ces micro-porosités n'avait pas affecté la durée de vie de l'éprouvette.

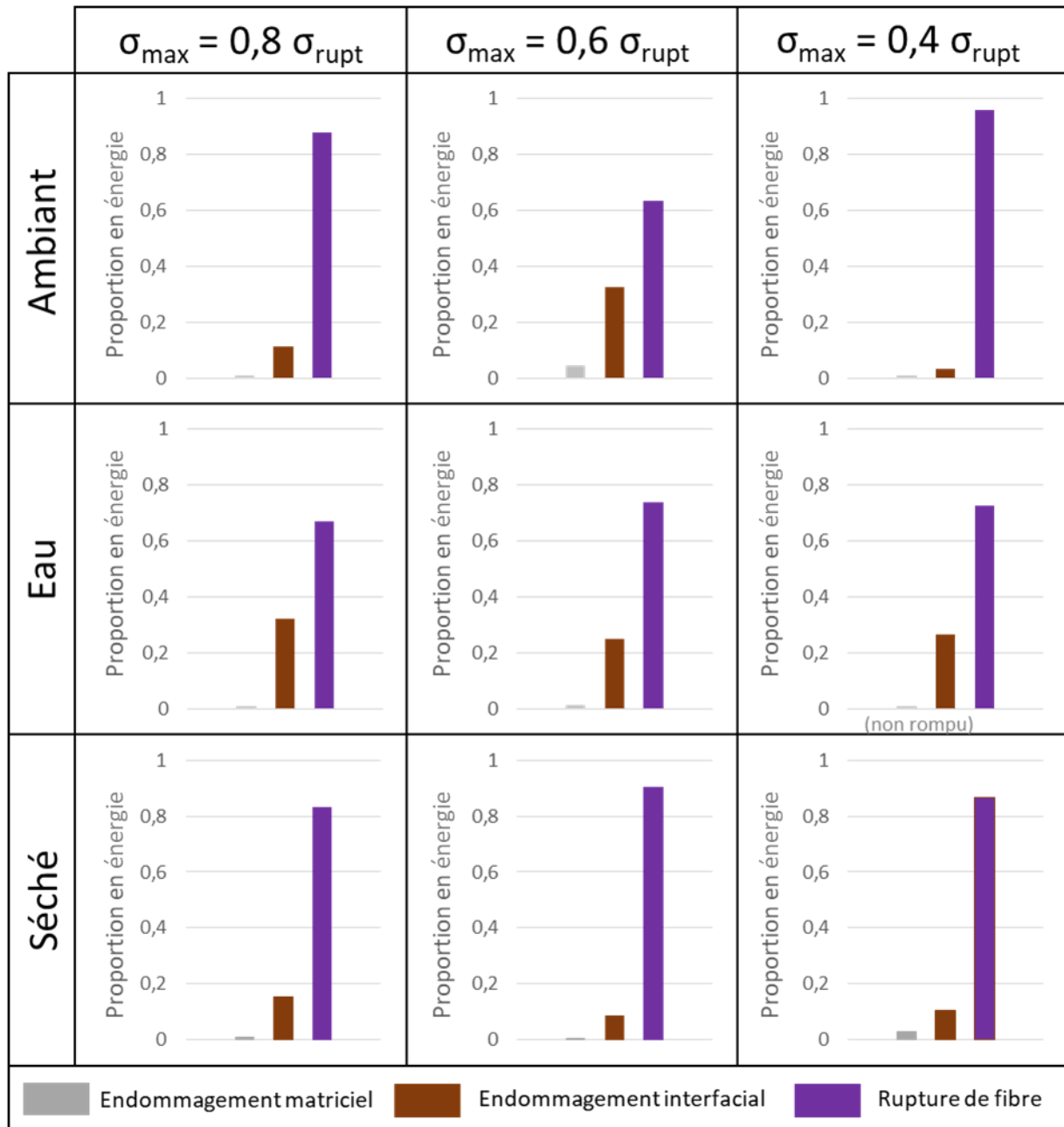


Fig. IV.12 : Proportions pour chaque classe d'endommagement d'énergie acoustique cumulée en fin d'essai de fatigue pour le composite tissé chanvre/époxy avec l'orientation $[(0/90)]_7$ selon le conditionnement et le niveau de chargement.

L'éprouvette en conditionnement Eau testée à $0,4 \sigma_{\text{rupt}}$ n'a pas rompu après un million de cycles, ce qui explique l'absence de rupture sur la microtomographie (Fig. IV.13). Pour toutes les éprouvettes ayant rompu, on observe que la rupture s'est produite perpendiculairement à la direction de traction, suivant les fils de trame.

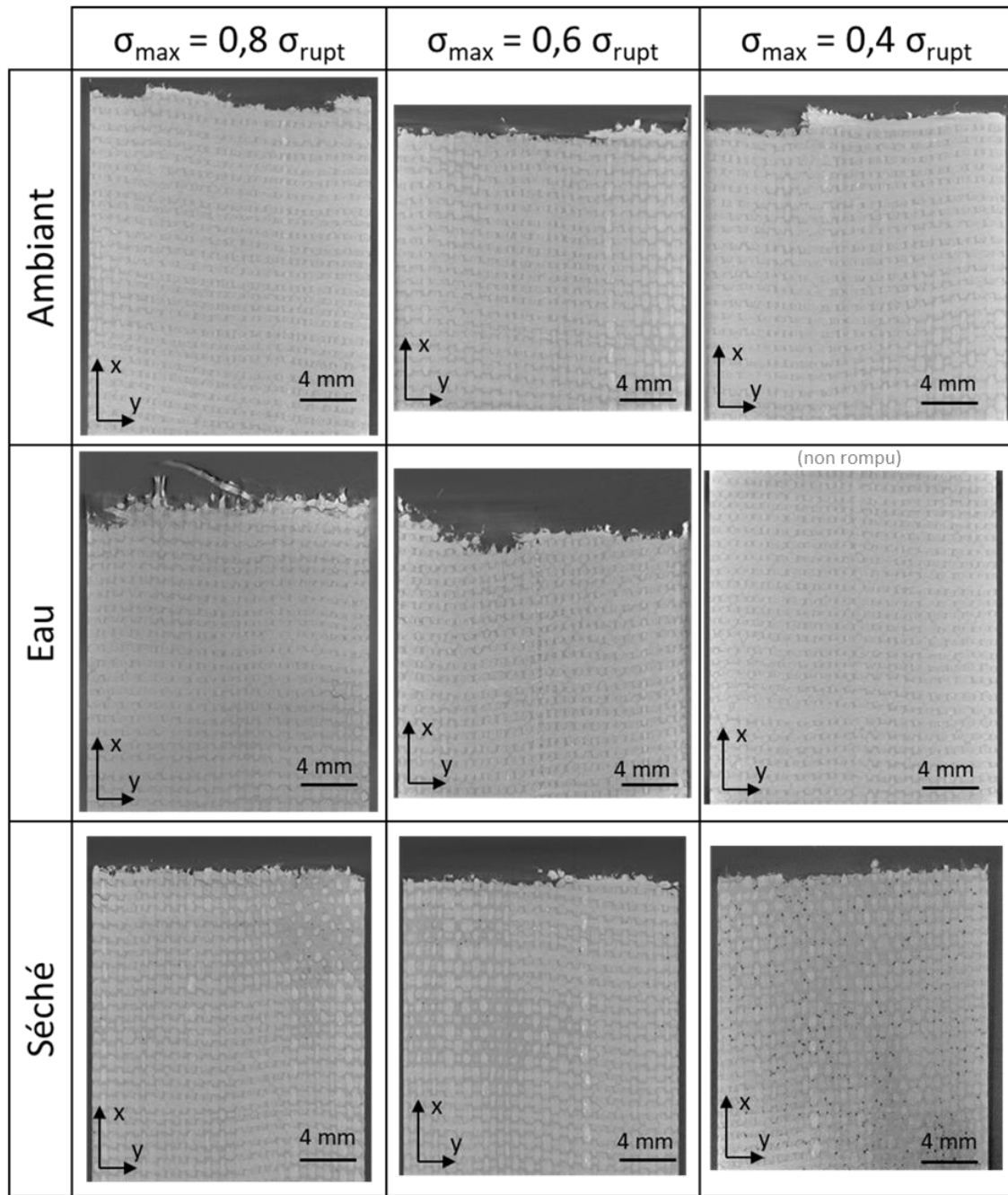


Fig. IV.13 : Images par microtomographie du plan (XY) au cœur des éprouvettes $[(0/90)]_7$ de composite chanvre/époxy testées en fatigue pour les trois conditionnements et les trois niveaux de contrainte.

Sur les images de la figure IV.13, très peu d'endommagements sont visibles. Pour quantifier le volume d'endommagement présent dans chaque éprouvette, les piles d'images de chaque échantillon ont donc été analysées par segmentation, comme décrit dans la section II.4.2.2. Les résultats sont présentés sur la figure IV.14.

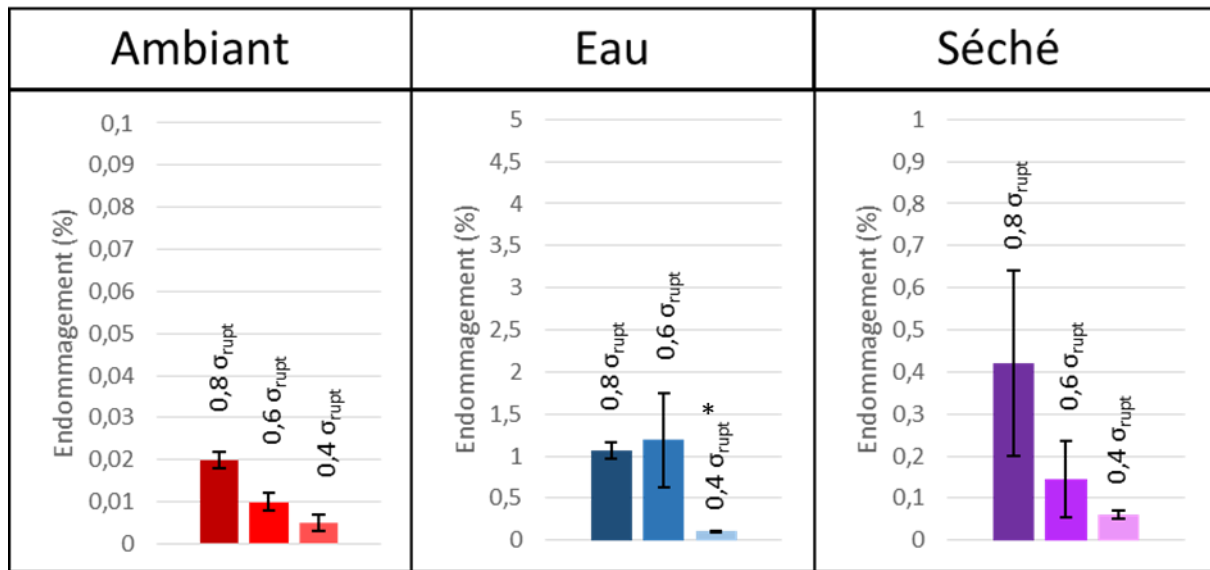


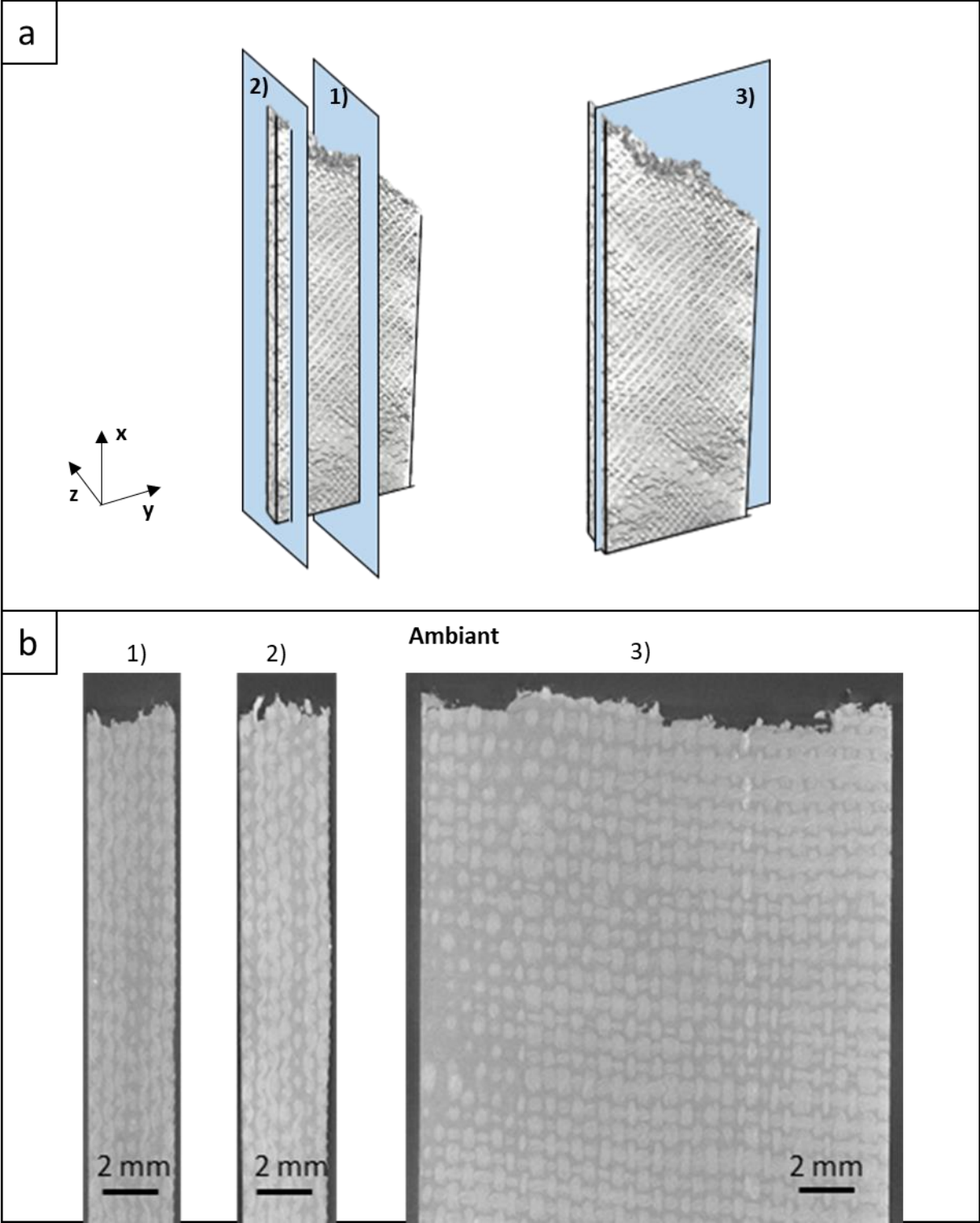
Fig. IV.14 : Proportions volumiques d'endommagement déterminées par segmentation des scans de microtomographie pour chaque niveau de contrainte et chaque conditionnement dans les éprouvettes $[(0/90)]_7$ de composite tissé chanvre/époxy après les essais de fatigue (* : éprouvette non rompue).

On notera que dans la figure IV.14, les échelles en ordonnée sont différentes d'un conditionnement à l'autre. En effet, les proportions volumiques d'endommagement dans les éprouvettes dépendent très fortement du conditionnement. Pour le conditionnement Ambient, très peu d'endommagements sont visibles dans les éprouvettes, la proportion volumique maximale est atteinte pour le test à $0,8 \sigma_{rupt}$ avec seulement 0,02 % de volume endommagé. Les éprouvettes en conditionnement Eau sont environ 50 fois plus endommagées, et celles en conditionnement Séché 20 fois plus. Le conditionnement Séché présente donc un niveau d'endommagement intermédiaire, entre l'Ambiant et l'Eau, ce qui rejoint les observations faites sur la dégradation du module sécant au cours des essais de fatigue (Fig. IV.6). La figure IV.14 montre également que la tendance globale pour chaque conditionnement est que le volume d'endommagement diminue lorsque le niveau de contrainte appliqué pendant l'essai de fatigue diminue.

Si l'on compare ces résultats avec les volumes d'endommagement mesurés sur les microtomographies obtenues après traction (Fig. III.21), on constate que l'on retrouve la même tendance, avec un maximum en conditionnement Eau et une valeur intermédiaire en conditionnement Séché. De plus, on voit que, pour chaque conditionnement, les valeurs mesurées en traction sont proches des valeurs les plus faibles mesurées en fatigue.

Pour visualiser précisément les types d'endommagement qui se sont développés dans le composite $[(0/90)]_7$, une analyse des différents plans de l'éprouvette a été réalisée pour chaque

conditionnement pour le plus haut niveau de contrainte appliquée (Fig. IV.15). Quel que soit le plan considéré, on observe très peu d'endommagement pour les conditionnements Ambient et Séché, conformément aux mesures de volume effectuées (Fig. IV.14). Pour le conditionnement Eau, des endommagements sont visibles mais surtout sur les tranches des éprouvettes, ils ne sont plus visibles à cœur (Fig. IV.15.c.1). Cette localisation préférentielle des endommagements sur les bords libres est déjà documentée dans la littérature pour les composites à fibres de carbone ou de verre (de Miguel et al., 2019; Lecomte-Grosbras et al., 2013), et s'explique par l'aspect tri-dimensionnel des contraintes sur les bords libres.



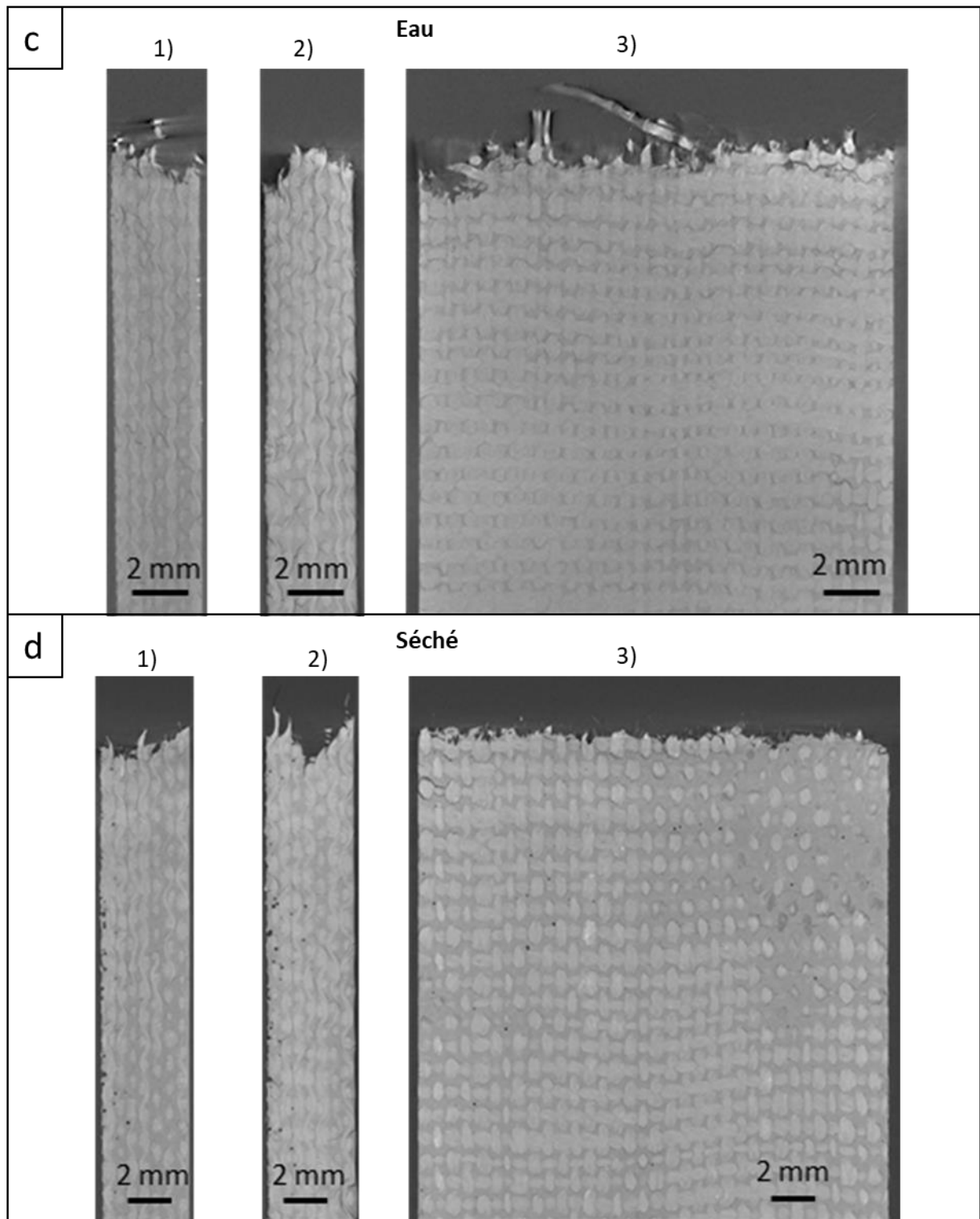


Fig. IV.15 : Images issues de microtomographies d'éprouvettes $[(0/90)_7]$ chambre/époxy après rupture en fatigue à $\sigma_{max}=0,8\sigma_{rupt}$ dans les trois plans décrits en a) : 1) plan (XZ) à cœur, 2) plan (XZ) sur la tranche et 3) plan (XY) à cœur, pour les trois conditionnements : b) Ambient, c) Eau et d) Séché.

L'observation des microtomographies montre également que le type d'endommagement visible dans les éprouvettes $[(0/90)]_7$ après les essais de fatigue est le même pour toutes les configurations étudiées, quels que soient le conditionnement et le niveau de chargement. Il s'agit d'un endommagement constitué de décohésions le long des fils de chaîne, au dos des croisements de fils, et de fissures matricielles inter-ply reliant ces différentes zones de décohésion (Fig. IV.16). Très peu de fissures intra-fil sont observées. Ces résultats montrent que l'interface la plus endommagée dans les éprouvettes $[(0/90)]_7$ en fatigue sont les interfaces fil/matrice, c'est donc cette interface qui doit être optimisée.

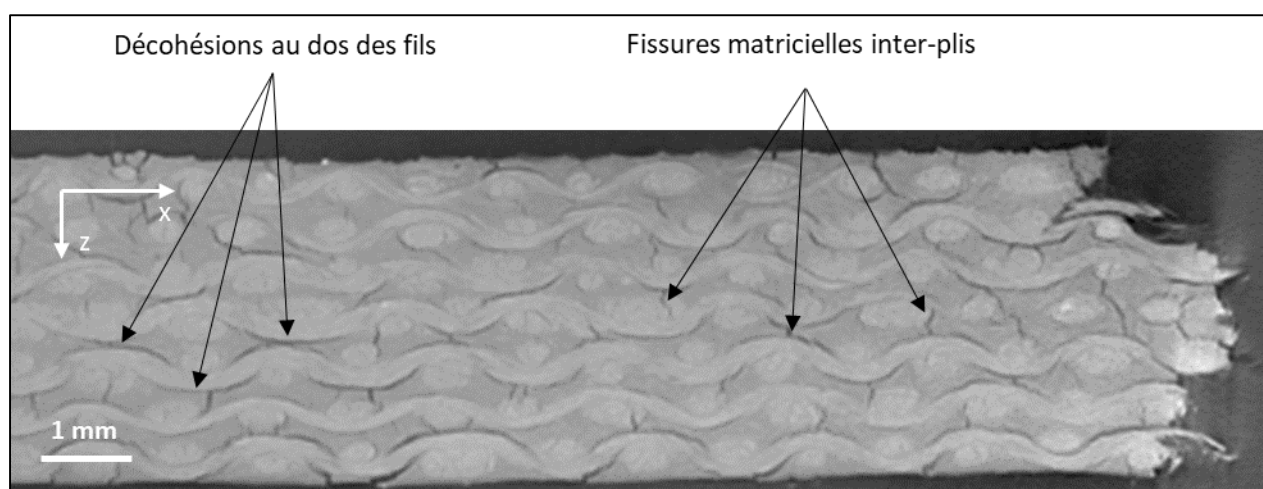


Fig. IV.16 : Zoom dans le plan (XZ) de la tranche d'une éprouvette $[(0/90)]_7$ chanvre/époxy après rupture en fatigue à $\sigma_{max}=0,8\sigma_{rupt}$ en conditionnement Eau.

L'endommagement créé lors des essais de fatigue sur les éprouvettes $[(0/90)]_7$ est donc du même type que celui observé dans les échantillons rompus en traction (Fig III.19.a). De plus, on a pu observer que la présence de micro-porosités créées lors de l'infusion ne modifie pas l'endommagement qui se développe pendant l'essai de fatigue. Par exemple, sur la figure IV.17, on constate que les micro-porosités ne constituent pas des amorces de fissure et que leur présence ne fait pas dévier les fissures créées par fatigue.

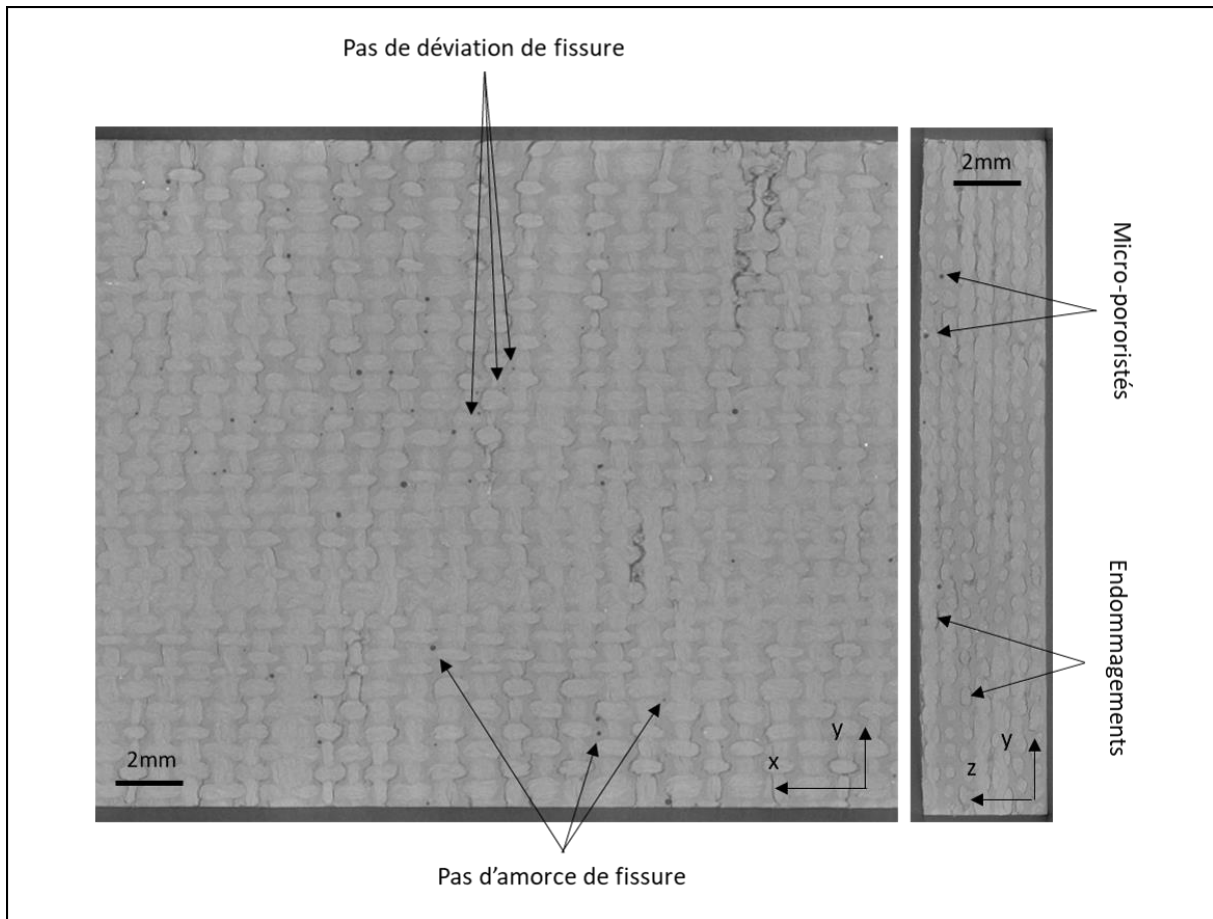


Fig. IV.17 : Influence des porosités sur l'endommagement pour une éprouvette $[(0/90)]_7$ rompue en fatigue à $\sigma_{max}=0,8\sigma_{rupt}$ en conditionnement Eau.

IV.4.3. Les différents endommagements pour l'orientation $[(\pm 45)]_7$

Pour les éprouvettes $[(\pm 45)]_7$ testées en fatigue, une analyse des classes d'endommagements enregistrés par émission acoustique et des images obtenues par microtomographie a également été réalisée.

La première étape consiste à étudier la cinétique d'évolution de chaque type d'endommagement identifié par émission acoustique pour chaque conditionnement et niveau de contrainte (Fig. IV.18).

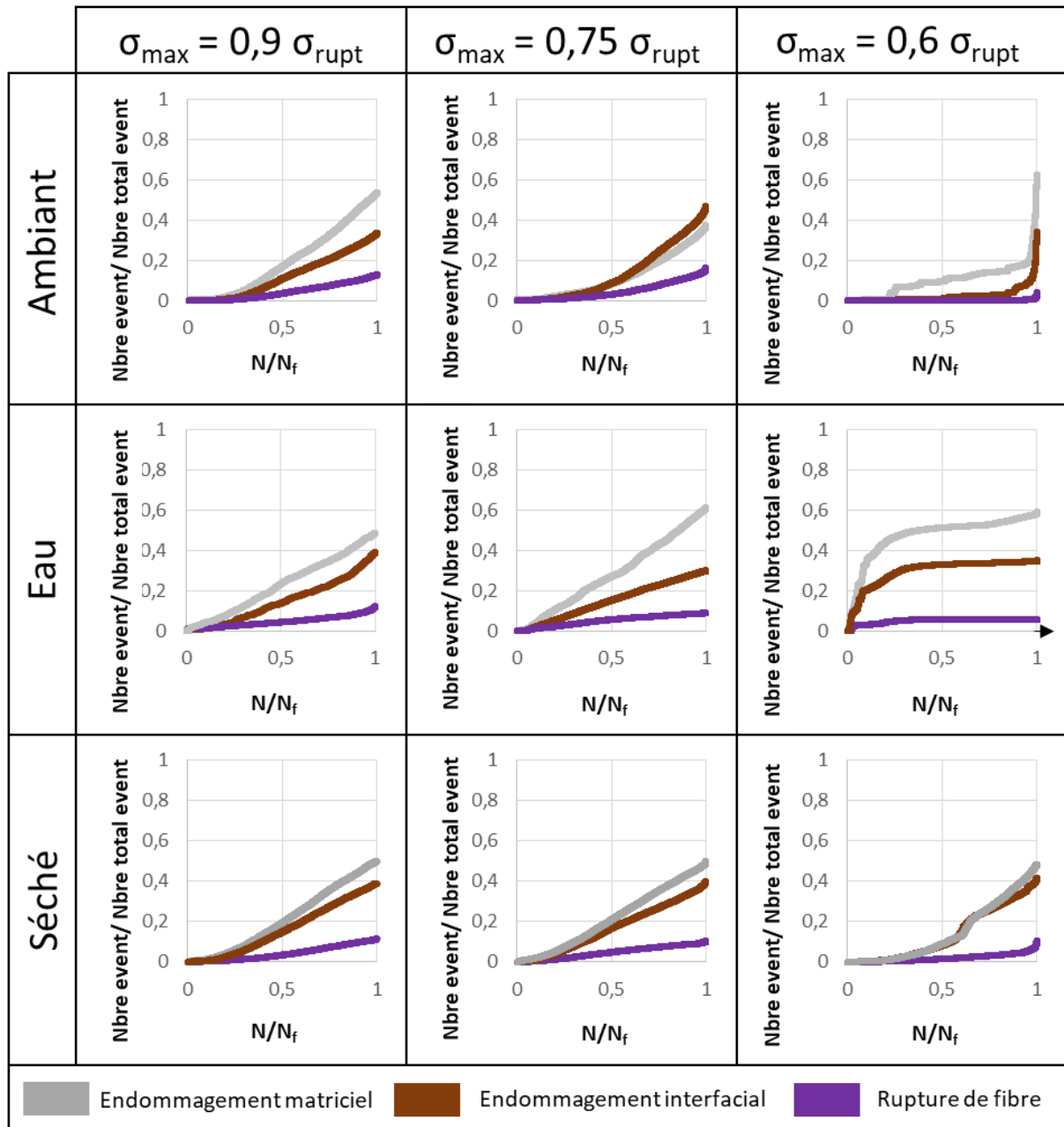


Fig. IV.18 : Nombres cumulés relatifs d'évènements acoustiques de chaque classe en fonction du nombre normé de cycles de fatigue pour le composite tissé chanvre/époxy avec l'orientation $[(\pm 45)]_7$ selon le conditionnement et le niveau de chargement.

Pour le plus haut niveau de contrainte appliquée, l'ordre de prédominance de chaque type d'endommagement reste le même quel que soit le conditionnement, avec principalement de l'endommagement matriciel, suivi de l'endommagement interfacial puis des ruptures de fibres, minoritaires en nombre (Fig. IV.18). C'est le même comportement qui avait été observé pour les éprouvettes $[(0/90)]_7$ (Fig. IV.11). Pour les autres niveaux de contrainte appliquée, qui favorisent le développement de l'effet fatigue, le comportement des $[(\pm 45)]_7$ diffère de celui des $[(0/90)]_7$.

Tout d'abord, si l'on regarde ce qui se passe pour le conditionnement Ambient, on voit qu'à $0,75 \sigma_{rupt}$, la proportion d'endommagement interfacial devient légèrement majoritaire. Et pour le plus faible niveau de chargement, à $0,6 \sigma_{rupt}$, la cinétique de développement des endommagements matriciels change : les seuils d'apparition sont plus précoces - par rapport à la durée de vie normée -, puis il y a un plateau, et finalement une augmentation soudaine juste avant rupture.

Pour le conditionnement Eau, les proportions de chaque type d'endommagement sont conservées quel que soit le niveau de chargement. Mais, là encore, on observe un changement très net de cinétique à $0,6 \sigma_{rupt}$, avec des seuils d'apparition d'endommagement beaucoup plus précoces et des cinétiques beaucoup plus rapides en début d'essai.

Enfin, les éprouvettes en conditionnement Séché présentent un comportement assez similaire quel que soit le niveau de chargement. Le développement des endommagements est cependant plus tardif pour le plus faible niveau de contrainte appliquée, comme cela avait été constaté pour l'orientation $[(0/90)]_7$ (Fig. IV.11). L'explication est la même : les tout premiers endommagements de faible amplitude et faible énergie se sont produits pendant le séchage (voir Fig. III.4), et il faut donc attendre plus longtemps pour voir apparaître les endommagements suivants au cours de l'essai de fatigue.

La figure IV.19 permet ensuite de déterminer quel endommagement est à l'origine de la plus grande proportion d'énergie acoustique enregistrée au cours des essais de fatigue sur les éprouvettes $[(\pm 45)]_7$.

La figure IV.19 montre que d'un point de vue énergétique, en fin d'essai, le bilan est le même que pour l'orientation $[(0/90)]_7$ (Fig. IV.12) avec une proportion d'énergie due aux ruptures de fibres très majoritairement, pour tous les conditionnements et niveaux de chargement. Ensuite vient la proportion des endommagements interfaciaux, et finalement, malgré leur prépondérance en nombre, les endommagements matriciels ne représentent que très peu d'énergie acoustique enregistrée lors des essais de fatigue.

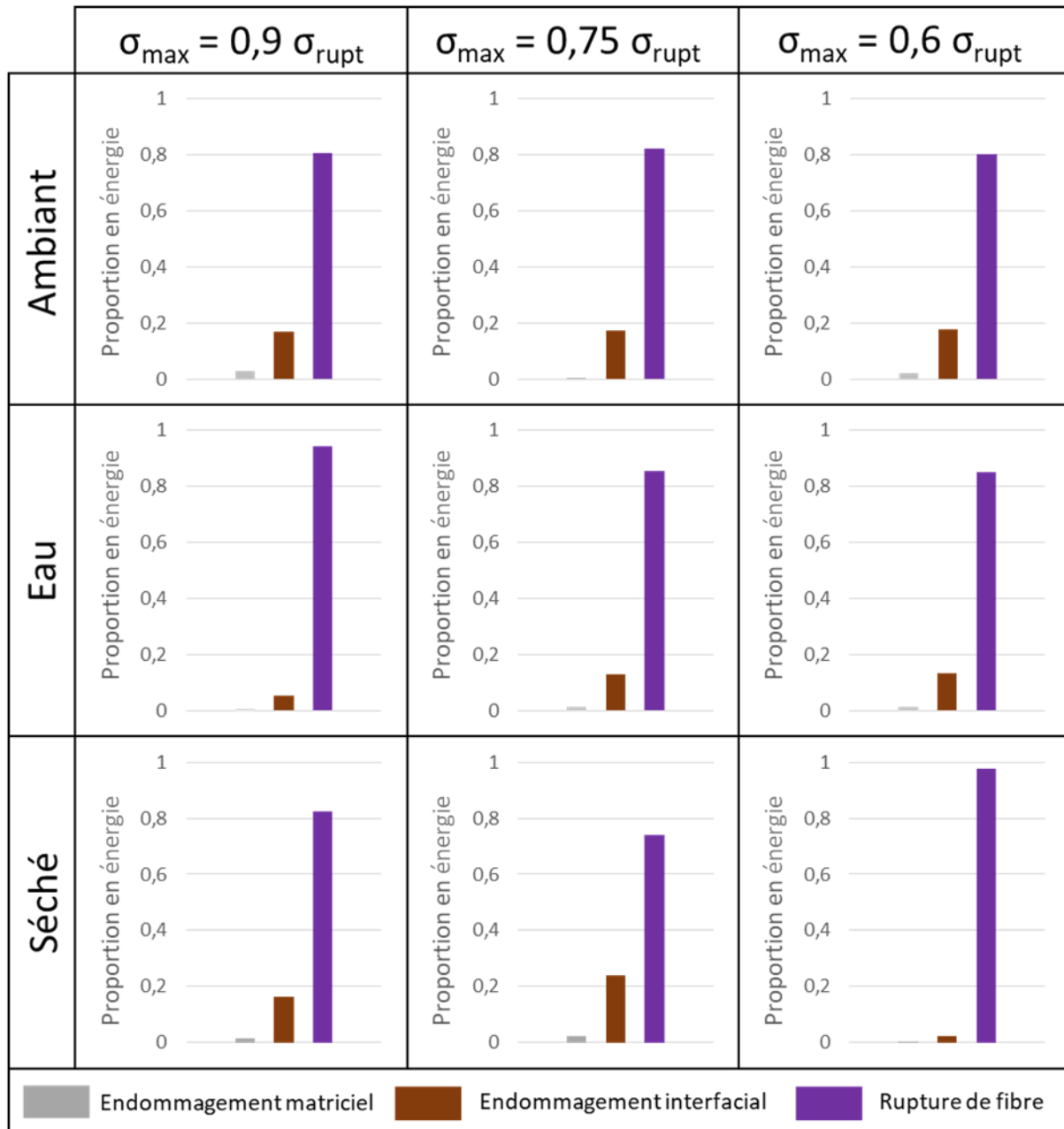


Fig. IV.19 : Proportions pour chaque classe d'endommagement d'énergie acoustique cumulée en fin d'essai de fatigue pour le composite tissé chanvre/époxy avec l'orientation $[(\pm 45)]_7$ selon le conditionnement et le niveau de chargement.

Des éprouvettes $[(\pm 45)]_7$, pour chacune des neuf configurations étudiées, ont également été analysées par microtomographie après rupture en fatigue. Le seuil de détection des défauts et endommagements est toujours de $15\mu\text{m}$ (résolution des tomographies).

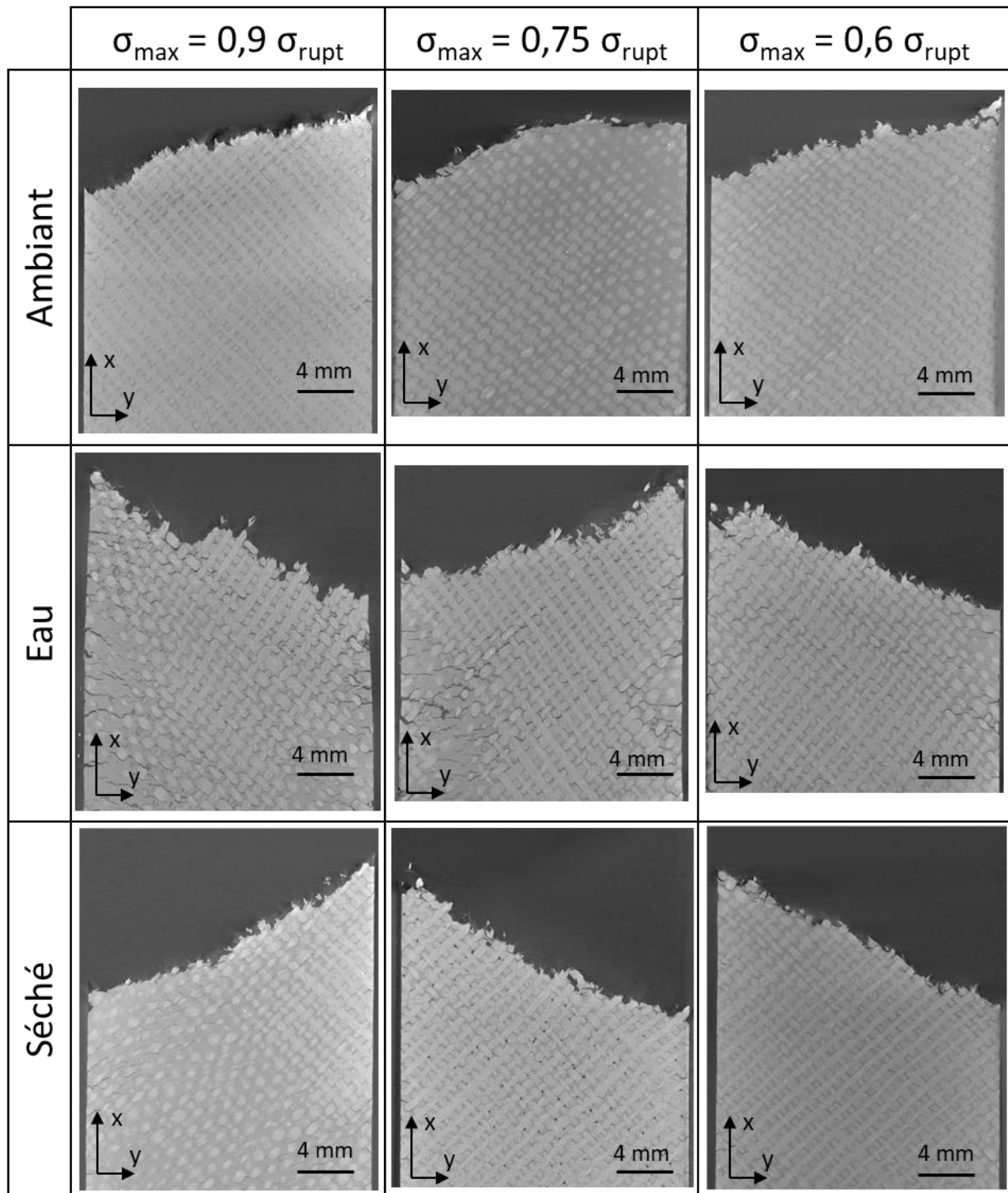


Fig. IV.20 : Images par microtomographie du plan (XY) au cœur des éprouvettes $[(\pm 45)]_7$ de composite chanvre/époxy après rupture en fatigue pour les trois conditionnements et les trois niveaux de contrainte.

À l'échelle macroscopique, la figure IV.20 montre tout d'abord que la rupture en fatigue a lieu le long des fils de chanvre avec un angle de 45° par rapport à l'axe de traction et ceci pour tous les niveaux de contrainte et tous les conditionnements.

La figure IV.20 met également en évidence la différence du volume d'endommagement d'un conditionnement à l'autre, avec un maximum d'endommagements visibles pour le conditionnement Eau, pour lequel on observe des fissures nombreuses et très ouvertes sur les bords libres. De plus, on peut voir un rétrécissement de la largeur de l'éprouvette testée à $\sigma_{\max}=0,9\sigma_{\text{rupt}}$ en conditionnement Eau près de la zone de rupture, témoignant du développement de grandes déformations et confirmant ainsi les valeurs mesurées sur les boucles d'hystérésis (Fig. IV.4 et IV.5).

À partir des reconstructions volumiques des microtomographies des différentes éprouvettes $[(\pm 45)]_7$, il a été possible de déterminer le volume relatif d'endommagement pour chaque conditionnement et chaque niveau de contrainte (Fig. IV.21).

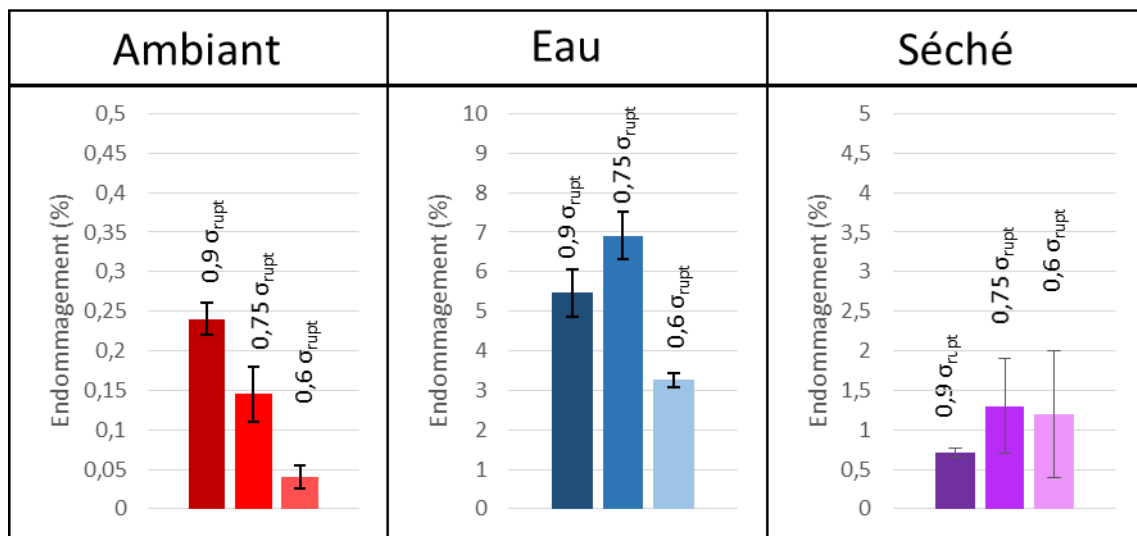


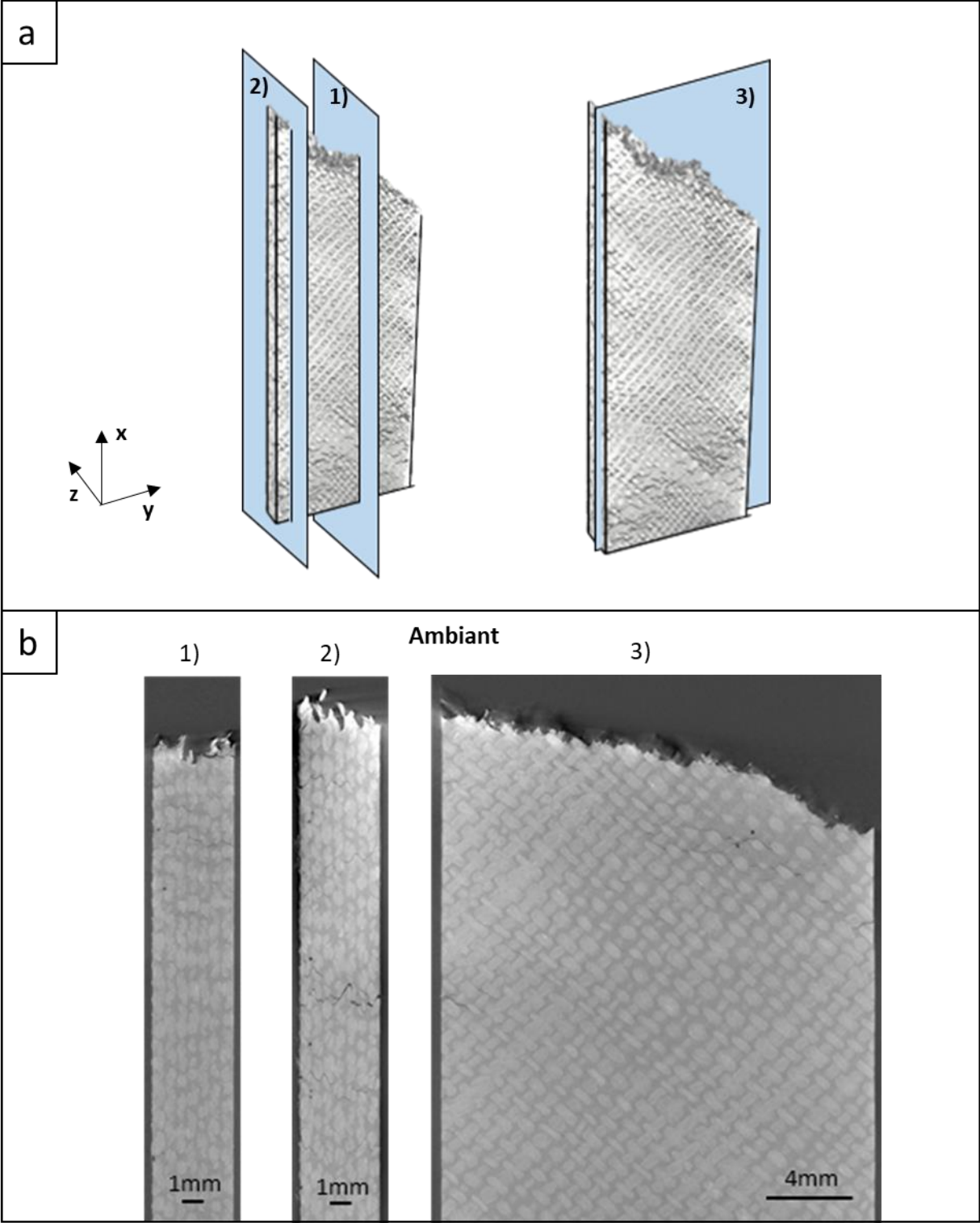
Fig. IV.21 : Proportions volumiques d'endommagement déterminées par segmentation des scans de microtomographie pour chaque niveau de contrainte et chaque conditionnement dans les éprouvettes $[(\pm 45)]_7$ de composite tissé chanvre/époxy après rupture en fatigue.

Tout d'abord, on constate sur la figure IV.21, comme pour l'orientation $[(0/90)]_7$ (Fig. IV.14), que le conditionnement joue un rôle prépondérant sur le volume d'endommagement présent dans les éprouvettes $[(\pm 45)]_7$ après rupture en fatigue. Pour chaque conditionnement, la variation du volume d'endommagement avec le niveau de chargement semble assez chaotique. Cependant, en moyenne, les éprouvettes avec un conditionnement Eau sont environ 50 fois plus endommagées que celles conditionnées à l'Ambiante et 5 fois plus endommagées que les Séchées. La dispersion constatée pour chaque conditionnement peut s'expliquer par la difficulté à quantifier correctement les voxels correspondant à de l'endommagement dans les volumes très endommagés. En effet, les proportions d'endommagement sont 5 à 10 fois plus importantes dans les $[(\pm 45)]_7$ que

dans les $[(0/90)]_7$. Pour le conditionnement Ambient, où les volumes d'endommagement dans les éprouvettes $[(\pm 45)]_7$ restent inférieurs à 0,25%, on retrouve bien la variation observée dans les $[(0/90)]_7$: le volume d'endommagement croît avec le niveau de chargement (Fig. IV.21).

Une comparaison avec les résultats obtenus en traction sur les $[(\pm 45)]_7$ (Fig. III.21) mène aux mêmes conclusions que celles effectuées pour les $[(0/90)]_7$: un maximum d'endommagement en conditionnement Eau et une valeur intermédiaire en conditionnement Séché, ainsi que des valeurs mesurées en traction proches des valeurs les plus faibles mesurées en fatigue.

Une analyse comparative des types d'endommagement dans les $[(\pm 45)]_7$ pour les trois conditionnements a ensuite été menée sur les échantillons testés à $\sigma_{\max} = 0,9\sigma_{\text{rupt}}$ et est présentée sur la figure IV.22.



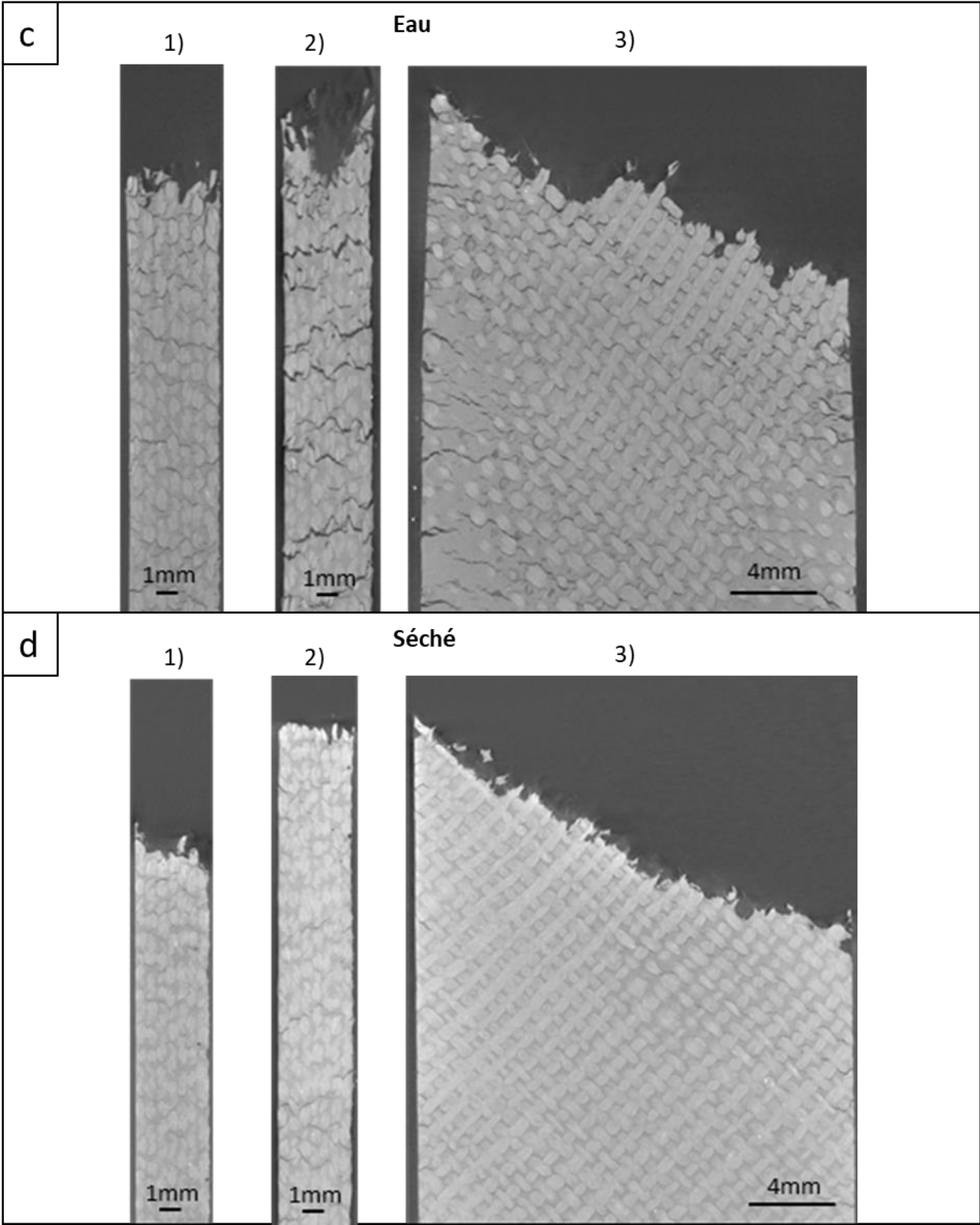


Fig. IV.22 : Images issues de microtomographies d'éprouvettes $[(\pm 45)]_7$ chanvre/époxy après rupture en fatigue à $\sigma_{max}=0,9\sigma_{rupt}$ dans les trois plans décrits en a) : 1) plan (XZ) à cœur, 2) plan (XZ) sur la tranche et 3) plan (XY) à cœur, pour les trois conditionnements : b) Ambient, c) Eau et d) Séché.

La figure IV.22 montre en premier lieu que l'endommagement est, quel que soit le conditionnement, majoritairement localisé sur les bords libres des éprouvettes, comme celui observé en conditionnement Eau pour les $[(0/90)]_7$. Pour le conditionnement Eau, qui est le plus endommagé, on observe dans le plan (XY) des fissures très ouvertes sur les bords libres et de plus en plus fines en avançant vers le cœur de l'éprouvette (Fig. IV.22.c.3). De plus, on constate que les endommagements visibles dans les $[(\pm 45)]_7$ sont de même type pour toutes les configurations étudiées, mais à différents stades de développement. Le stade le plus avancé est pour le conditionnement Eau, et le moins développé pour l'Ambiant, le conditionnement Séché présentant un développement d'endommagement intermédiaire, mais toujours de même type (Fig. IV.22).

Un zoom dans le plan (XZ) pour le conditionnement Eau testé à $\sigma_{\max}=0,9\sigma_{\text{rupt}}$ (Fig. IV.23) permet de vérifier, comme pour l'orientation 0/90, que les endommagements détectés par microtomographie sont de même nature en fatigue qu'en traction quasistatique (Fig. III.19.b).

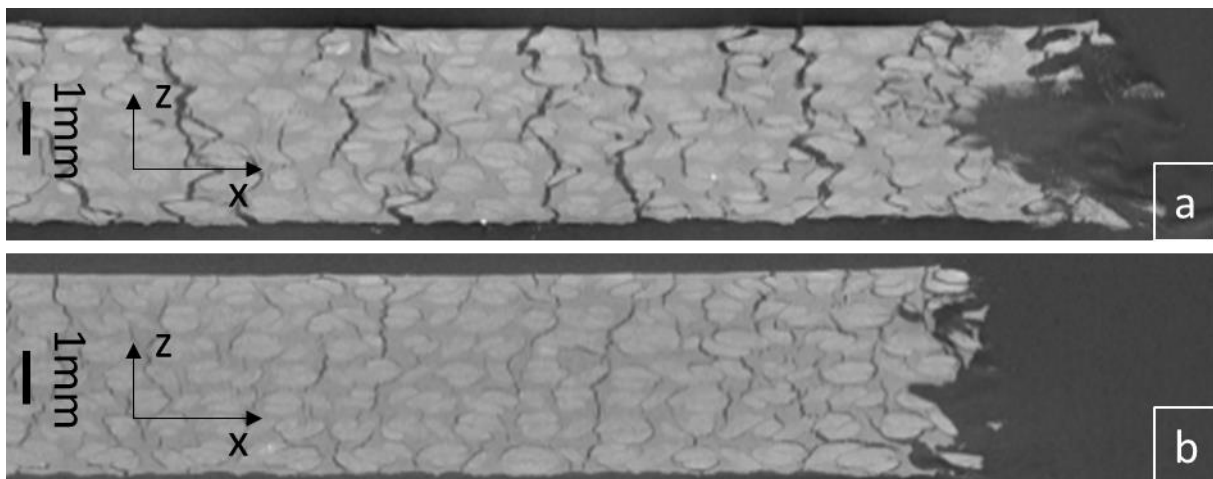


Fig. IV.23 : Zooms dans le plan (XZ) d'une éprouvette $[(\pm 45)]_7$ chanvre/époxy après rupture en fatigue à $\sigma_{\max}=0,9\sigma_{\text{rupt}}$ en conditionnement Eau : a) sur la tranche, b) à cœur.

Sur la figure IV.23, on peut voir que l'endommagement en fatigue dans les éprouvettes $[(\pm 45)]_7$ est constitué de décohésions à l'interface fil/matrice, qui se rejoignent pour former des fissures. Ces fissures peuvent traverser toute l'épaisseur de l'échantillon (suivant l'axe Z). Elles sont très ouvertes et très nombreuses sur la tranche (bord libre, Fig. IV.23.a), et beaucoup moins développées à cœur (Fig. IV.23.b). Comme pour l'orientation 0/90, ces observations confirment bien que l'interface la plus endommagée est celle entre les fils de chanvre et la matrice. Très peu d'endommagements intra-fil, entre les fibres et la matrice, ont été observés.

Bilan Chapitre IV

Les essais de fatigue réalisés sur le composite tissé chanvre/époxy pour les orientations 0/90 et ± 45 , et les trois conditionnements Ambient, Eau et Séché, ont en premier lieu permis d'étudier le comportement et la durée de vie en fatigue de ce composite pour les différentes configurations. Quel que soit le conditionnement, les résultats montrent que le comportement en fatigue de ce composite est fortement influencé par l'orientation du renfort : le $[(0/90)]_7$ possède une meilleure durée de vie que le $[(\pm 45)]_7$ mais une plus grande sensibilité à la fatigue. En conditionnement Ambient, les résultats obtenus ont été comparés à ceux d'un composite à fibres de verre (Zakaria et al., 2016) : la résistance à la fatigue du composite verre/époxy est supérieure à celle du composite chanvre/époxy mais la sensibilité à la fatigue est plus faible pour le composite à renfort de chanvre.

Le modèle phénoménologique à deux paramètres d'Epaarachchi et Clausen (Epaarachchi and Clausen, 2003) a été utilisé pour modéliser la durée de vie du composite chanvre/époxy pour les deux orientations et les trois conditionnements. Ce modèle permet de bien simuler les courbes de Wöhler obtenues expérimentalement. Le conditionnement Eau a une sensibilité à la fatigue plus faible que les conditionnements Ambient et Séché qui, eux, ont une sensibilité analogue.

L'étude de l'évolution des grandeurs mécaniques (déformations maximales et minimales, module sécant et énergie dissipée) en fonction du nombre de cycles de fatigue a mis en évidence une forte influence de l'orientation et du conditionnement. En particulier, les valeurs des déformations extrémales et la chute de rigidité sont supérieures pour les $[(\pm 45)]_7$ et sont plus importantes dans le cas du conditionnement Eau.

L'endommagement en fatigue du composite chanvre/époxy, pour les différents conditionnements et orientations, a été étudié grâce à deux méthodes complémentaires : le suivi in situ par émission acoustique (EA) et l'analyse post-mortem par microtomographie X. L'analyse par EA a permis d'identifier les cinétiques d'endommagement pour chaque configuration et également de déterminer l'énergie acoustique cumulée lors des essais de fatigue. Il a été montré que l'évolution au cours d'un essai de fatigue de l'énergie acoustique émise est globalement voisine de celle de l'énergie mécanique dissipée, quels que soient l'orientation et le conditionnement. De plus, une classification des évènements acoustiques, réalisée par l'algorithme des k-moyennes, a permis d'identifier trois classes correspondant chacune à un type d'endommagement (endommagement matriciel, endommagement interfacial et rupture de fibres), et donc de suivre la cinétique d'apparition de chaque type d'endommagement. Pour les deux orientations, les résultats ont montré que la proportion en nombre et la cinétique d'apparition de chaque type d'endommagement

dépendent du niveau de contrainte maximale appliquée et du type de conditionnement. Bien que les endommagements matriciels et interfaciaux soient largement majoritaires, les ruptures de fibres sont le type d'endommagement le plus énergétique, entraînant la rupture du composite.

Quant à l'analyse microtomographique, elle a permis de visualiser et de quantifier les endommagements créés en fatigue. Pour les $[(0/90)]_7$, il s'agit essentiellement de décohésions fil/matrice le long des fils de chaîne, avec quelques fissures matricielles inter-plis entre ces zones de décohésion interfaciale. Pour les $[(\pm 45)]_7$, l'endommagement est beaucoup plus développé et est constitué de décohésions à l'interface fil/matrice qui se rejoignent pour former des fissures ; ces fissures sont plus nombreuses et ouvertes sur les tranches et moins développées à cœur. Pour chaque orientation, on retrouve le même type d'endommagement pour les trois types de conditionnement, mais à différents stades de développement : plus avancé pour le conditionnement Eau, intermédiaire pour le Séché et le moins développé pour l'Ambiant.

Ces résultats montrent que, quelle que soit l'orientation, le comportement en fatigue du composite chanvre/époxy dépend fortement du conditionnement (Ambiant, Eau ou séché) et de la qualité de l'interface fil/matrice. Des tests d'optimisation de l'interface ont donc été réalisés et sont présentés dans le chapitre suivant.

Chapitre V :

Optimisation de l'interface

Les chapitres III et IV ont souligné le rôle important de l'interface fil/matrice sur le comportement mécanique du composite tissé chanvre/Epolam. Dans ce chapitre, une étude de différents traitements, chimiques ou physiques, sur le renfort de chanvre va donc être effectuée. Cette étude sera réalisée tout d'abord à l'échelle du fil, et l'influence des traitements sur l'adhésion à l'interface sera analysée grâce à des tests de fragmentation. Dans cette partie, tous les tests de fragmentation sont réalisés à l'ambiante. Ensuite, une étude à l'échelle du tissu, avec des tests sur composites tissés traités, sera effectuée.

V.1. Choix des traitements

À partir de la bibliographie, plusieurs traitements chimiques ont été retenus. Ils ont été mis en œuvre par l'entreprise Valagro à Poitiers et par A. Christopoulos en Grèce ayant déjà travaillé sur le traitement de fils de lin (Georgiopoulos et al., 2016). Les traitements chimiques effectués sont présentés dans le tableau suivant (Tab. V.1).

Dénomination	Traitement
P	Peroxyde d'hydrogène (H ₂ O ₂)
N	Hydroxyde de sodium (NaOH)
SV	Triéthoxyvinylsilane
TBC	Tributyl Citrate
MA	Acide Maléique

Tab. V.1 : Dénomination des différents traitements chimiques effectués sur les fils de chanvre.

La première série de traitement est effectuée par l'entreprise Valagro. Le traitement au peroxyde d'hydrogène est un traitement à 50% en volume de H₂O₂ durant 5 min. La solution de peroxyde est basifiée à un pH de 14 par introduction de soude NaOH. Les fils de chanvre sont ensuite rincés jusqu'à un pH neutre. Le traitement à l'hydroxyde de sodium est effectué dans une solution concentrée à 25 g/L de NaOH durant 20 min à 90°C. Les fils de chanvre sont ensuite rincés jusqu'à un pH neutre. La silanisation quant à elle est un traitement au triéthoxyvinylsilane dans un solvant d'éther anhydre durant 20 minutes suivi de rinçages dans cet éther anhydre. Après chaque traitement chimique, un séchage à 60 °C sous vide pendant 24 h est effectué. La seconde série de traitements a été réalisée par A. Christopoulos. Une plastification des fils de chanvre, préalablement séché à 100°C pendant 2h, est réalisée avec du tributyl citrate chauffé à 120°C durant 8h. Un séchage à température ambiante et sous une pression relative de -0,5 bar est ensuite réalisé. Le dernier traitement effectué est une estérification à l'acide maléique anhydre, concentré à 10% en masse. L'estérification est ainsi effectuée durant 25h à 50°C dans un solvant d'acétone. Le séchage après rinçage est effectué à 50°C durant 12h.

En ce qui concerne les traitements physiques, la méthode du traitement par plasma a été retenue. En effet, cette technique est plus écologique que les traitements chimiques classiques car

elle s'effectue sans présence de solvant. Un premier essai de traitement par plasma a donc été réalisé sur des fils de chanvre.

Afin de déterminer l'influence des différents traitements, des éprouvettes monofilamentaires ont été fabriquées à partir des fils traités avec de la résine Epolam. Des essais de fragmentation ont ensuite été effectués à l'ambiante pour chaque traitement sur au moins cinq éprouvettes. Après les essais de fragmentation, les longueurs des fragments ont été mesurées. Les longueurs critiques obtenues sont présentées sous forme de la fonction de répartition de Weibull sur la figure V.1.

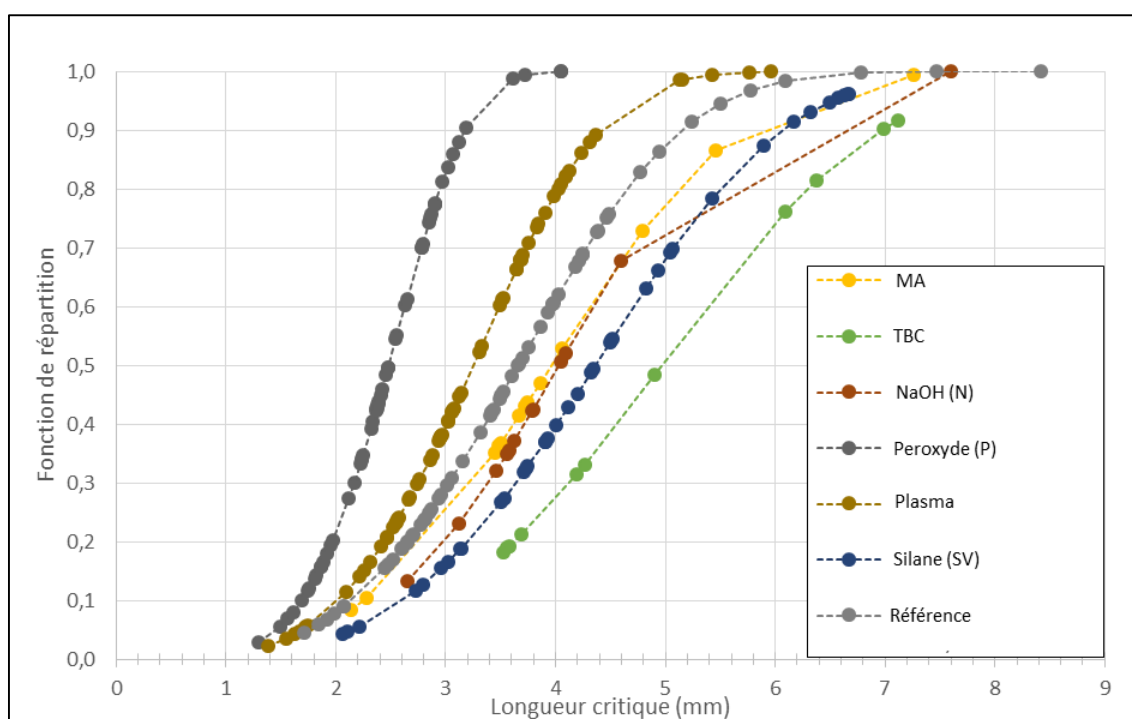


Fig. V.1 : Répartition selon la loi de Weibull des longueurs critiques de fragments mesurées après les tests de fragmentation sur des éprouvettes monofilamentaires chanvre/Epolam réalisées avec des fils de chanvre traités ou non traités (Référence).

L'adhésion à l'interface est inversement proportionnelle à la longueur critique des fragments (Eq. III.2), donc une amélioration de l'interface passe en partie par une diminution de la longueur critique. D'après les résultats obtenus (Fig. V.1), seuls deux traitements permettent une nette diminution des longueurs critiques des fragments par rapport aux fils non traités : le traitement chimique au peroxyde d'hydrogène et le traitement physique par plasma. La poursuite de l'étude va donc être effectuée sur ces deux traitements, qui vont tout d'abord être optimisés.

V.2. Optimisation du traitement au peroxyde d'hydrogène

L'objectif est de mettre au point un traitement peroxyde qui modifie suffisamment la chimie de surface pour améliorer l'interface mais sans endommager le renfort. En effet, ce traitement permet non seulement d'oxyder les fibres de chanvre en surface, mais également de les « décaper » en enlevant une part importante des cires, de la lignine et de la pectine, ce qui peut conduire à fragiliser le fil. Afin d'optimiser le traitement au peroxyde d'hydrogène, plusieurs paramètres ont été testés. Ces différents tests ont été réalisés au sein de l'entreprise Valagro.

Trois concentrations massiques différentes de peroxyde d'hydrogène : 10%, 30% et 50% ont été utilisées. Les fils de chanvre ont été plongés pendant 15 minutes dans une solution de peroxyde d'hydrogène à la concentration voulue, activée par de la soude pour obtenir un pH de 7,5. Ils ont ensuite été rincés à l'eau distillée puis séchés. Pour le séchage, deux méthodes ont été testées : un séchage à 60°C sous vide et un séchage à 103°C à pression atmosphérique. Au total, six configurations ont donc été testées (tableau V.2).

Configuration	Concentration massique en H ₂ O ₂	Séchage
T1S1	50% (T1)	24h à 60°C sous vide (S1)
T1S2		24h à 103°C (S2)
T2S1	30% (T2)	24h à 60°C sous vide (S1)
T2S2		24h à 103°C (S2)
T3S1	10% (T3)	24h à 60°C sous vide (S1)
T3S2		24h à 103°C (S2)

Tab. V.2 : Les différentes configurations de traitement au peroxyde d'hydrogène testées.

Tout d'abord, afin de déterminer les modifications chimiques ayant eu lieu au niveau du fil de chanvre, des analyses par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR) ont été réalisées. Les spectres obtenus pour les fils de référence et ceux ayant subi des traitements au peroxyde d'hydrogène de type T1S2 et T3S2 sont présentés figure V.2.

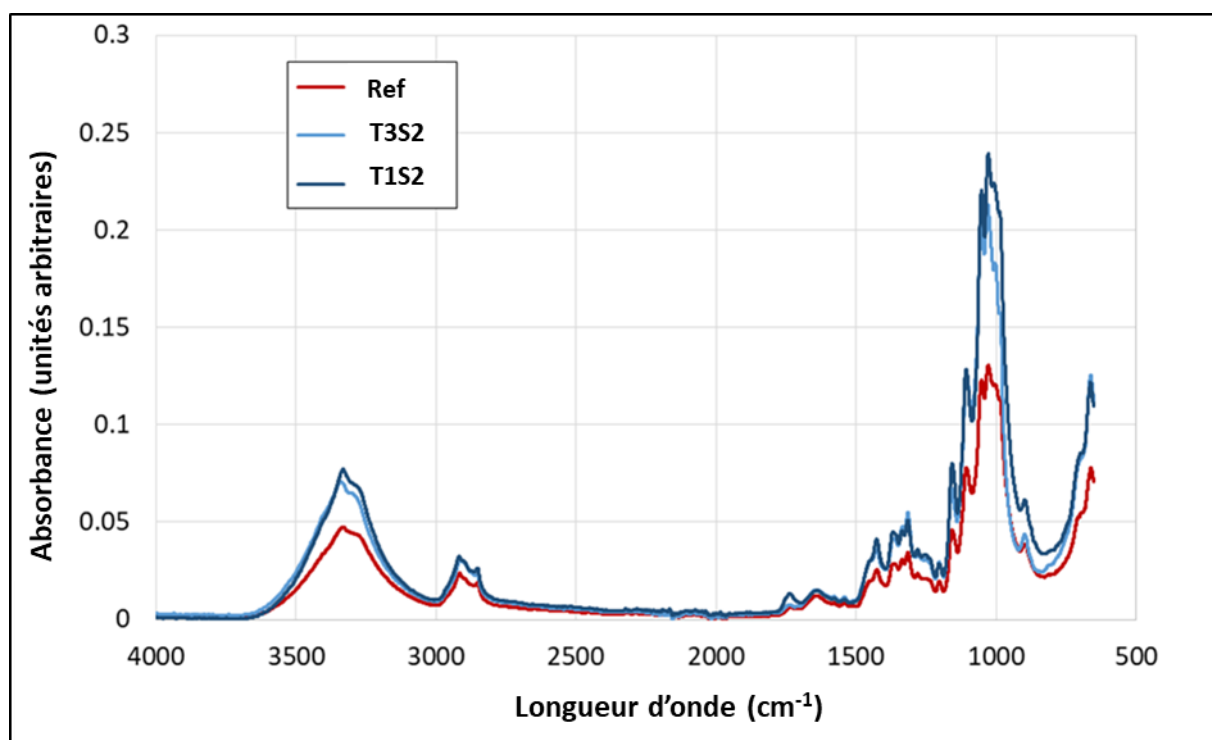


Fig. V.2 : Comparaison des spectres IR obtenus sur les fils de chanvre de référence et ceux ayant subi des traitements au peroxyde d'hydrogène de type T1S2 et T3S2.

Les différents pics observés correspondent à ceux des fibres d'origine végétale (Tab. V.3).

Wave number (cm ⁻¹)	Attribution
3600-3000	Hydrogen bonded of OH stretching in cellulose and/or hemicelluloses
2935	CH stretching of cellulose and hemicelluloses
2862	CH ₂ stretching of cellulose and hemicelluloses
1735	C=O stretching vibration of carboxylic acid in pectin or ester group in hemicelluloses
1635	OH bending vibration characteristic of sorbed water
1595	Aromatic ring in lignin
1502	Aromatic ring in lignin
1425	Carboxylic acid of pectin and COO ⁻ vibration
1375	CH bending of cellulose and hemicelluloses
1335-1315	CH ₂ wagging of cellulose and hemicelluloses
1275	Characteristic peak of lignin
1240	C-O of acetyl in pectin or hemicelluloses
1160	anti-symmetrical deformation of the C-O-C band
1125-895	C-O stretching and ring vibrational modes
895	Characteristic of β-links in cellulose
700-650	O-H out of plane bending

Tab. V.3 : Principales bandes infrarouges des fibres d'origine végétale (Célino et al., 2014)

On peut voir sur la figure V.2 que les fils de chanvre sont composés d'alcane, d'esters, de cycles aromatiques et d'alcools qui composent la cellulose, l'hémicellulose et la lignine. Les signaux entre 3600 et 3000 cm^{-1} correspondent aux élongations des liaisons hydroxyles de la cellulose et de l'hémicellulose. Le traitement peroxyde modifie les pics à 1735 cm^{-1} , 1425 cm^{-1} et $1315\text{-}1375\text{ cm}^{-1}$, liés à la formation de carbonyles et de liaisons carboxyliques par oxydation. Le pic à 1735 cm^{-1} est plus prononcé pour le traitement à 50% en masse de peroxyde témoignant de la plus importante oxydation pour une concentration de peroxyde de 50% que pour une concentration de 10%.

Après avoir appliqué les différentes configurations de traitements chimiques aux fils de chanvre, leur diamètre a été mesuré à la binoculaire et comparé avec le diamètre du fil de référence (non traité). Les distributions normales des diamètres sont présentées dans la figure V.3.

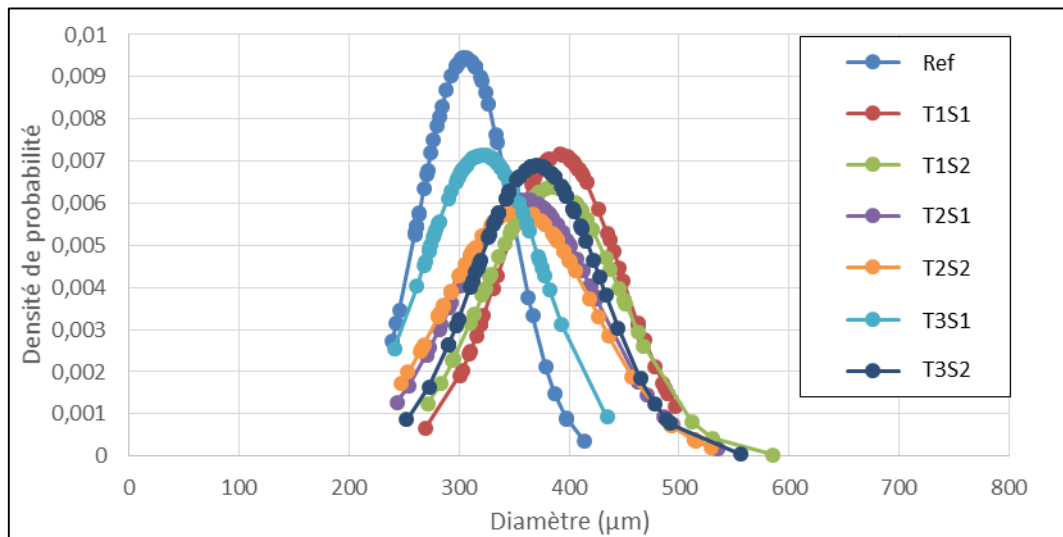


Fig. V.3 : Diamètre des fils de chanvre en fonction du traitement au peroxyde d'hydrogène effectué, et comparaison avec le fil de référence.

La figure V.3 montre que les traitements au peroxyde d'hydrogène ont une influence notable sur le diamètre moyen des fils, avec une augmentation du diamètre lorsque la concentration en H_2O_2 augmente. Cette augmentation de diamètre peut être mise en lien avec la destruction d'une partie des lignines et pectines des fibres, qui servent de lien naturel entre les fibres dans le fil. Les fibres vont donc avoir tendance à « s'effiloquer », ce qui explique l'augmentation du diamètre mesuré. Cependant, cette augmentation de diamètre est un artéfact puisque le traitement chimique n'a pas augmenté la quantité de fibres dans le fil, la répartition est simplement moins dense. Pour le calcul de la contrainte lors des essais de traction sur les fils seuls, la section des fils de chanvre traités à l' H_2O_2 sera donc considérée comme identique à celle des fils de référence.

Des essais de traction à l'ambiante ont ensuite été réalisés sur les fils seuls, traités et non traités. Pour chaque configuration, une dizaine de fils a été testée. La figure V.4 présente les valeurs dominantes (c'est à dire les valeurs atteintes par 65% des échantillons d'après les courbes de Weibull) des forces à rupture mesurées.

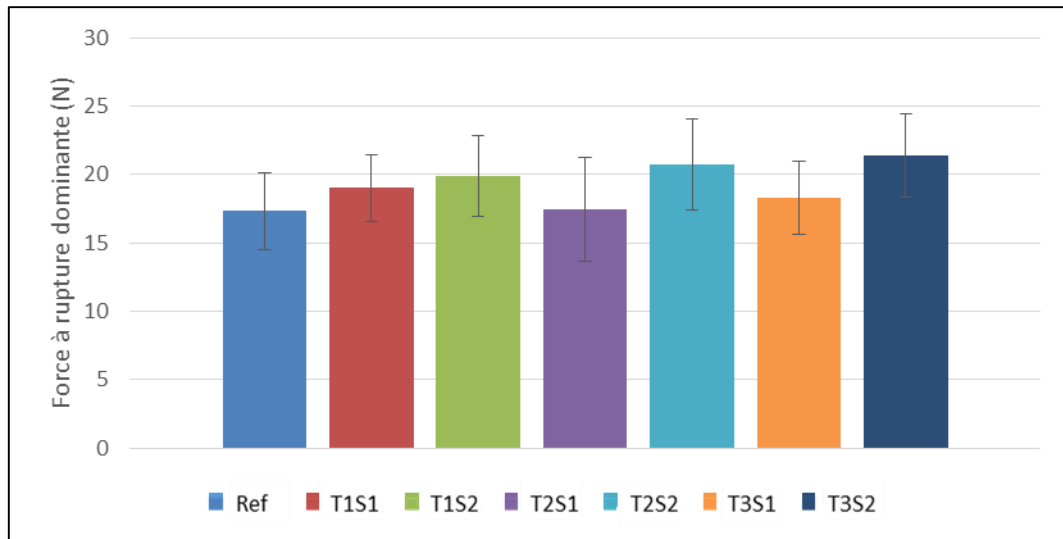


Fig. V.4 : Force à rupture en traction des fils traités au peroxyde d'hydrogène et non traités (Ref).

La figure V.4 montre que les caractéristiques mécaniques du chanvre sont préservées dans toutes les configurations de traitement, par comparaison avec le fil non traité. Il semblerait même que le séchage S2 (24h à 103°C à pression atmosphérique) permet d'obtenir une plus grande force à rupture en traction. La valeur maximale est obtenue pour le traitement T3S2.

Pour caractériser l'adhésion à l'interface, des éprouvettes monofilamentaires ont été fabriquées avec les fils traités de chaque configuration et de la résine Epolam. Puis des tests de fragmentation ont été réalisés et leurs résultats comparés avec ceux obtenus sur les éprouvettes monofilamentaires avec le fil non traité. La figure V.5 présente les longueurs critiques des fragments mesurées après chaque essai. Chaque point représente une mesure.

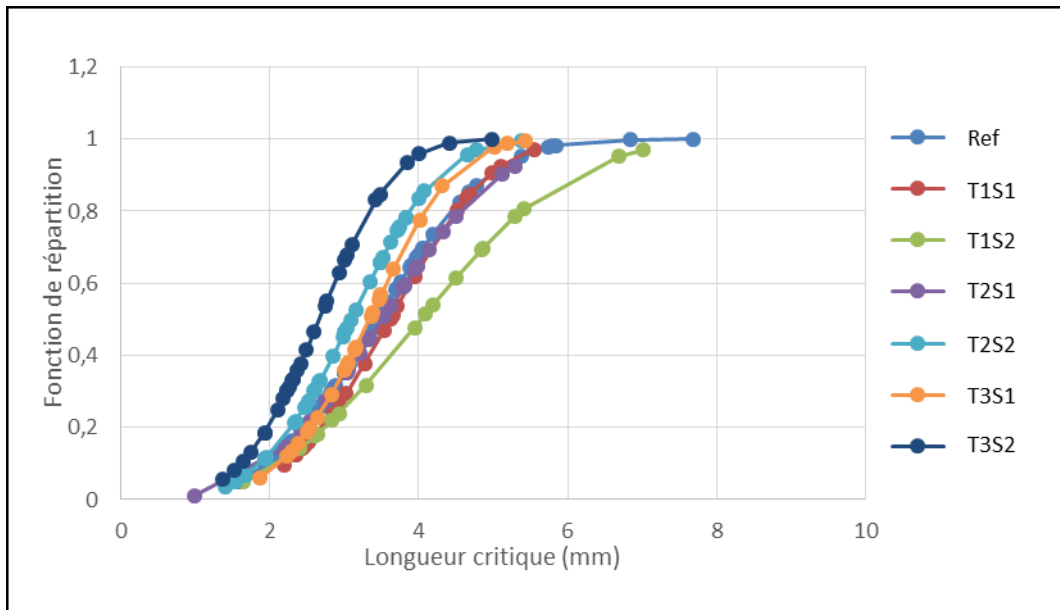


Fig. V.5 : Analyse de Weibull des longueurs critiques de fragments mesurées après les tests de fragmentation sur éprouvettes monofilamentaires avec fils traités au H_2O_2 et non traités.

L'histogramme sur la figure V.6 présente les valeurs dominantes des longueurs critiques des fragments et la dispersion associée pour chaque configuration du traitement chimique.

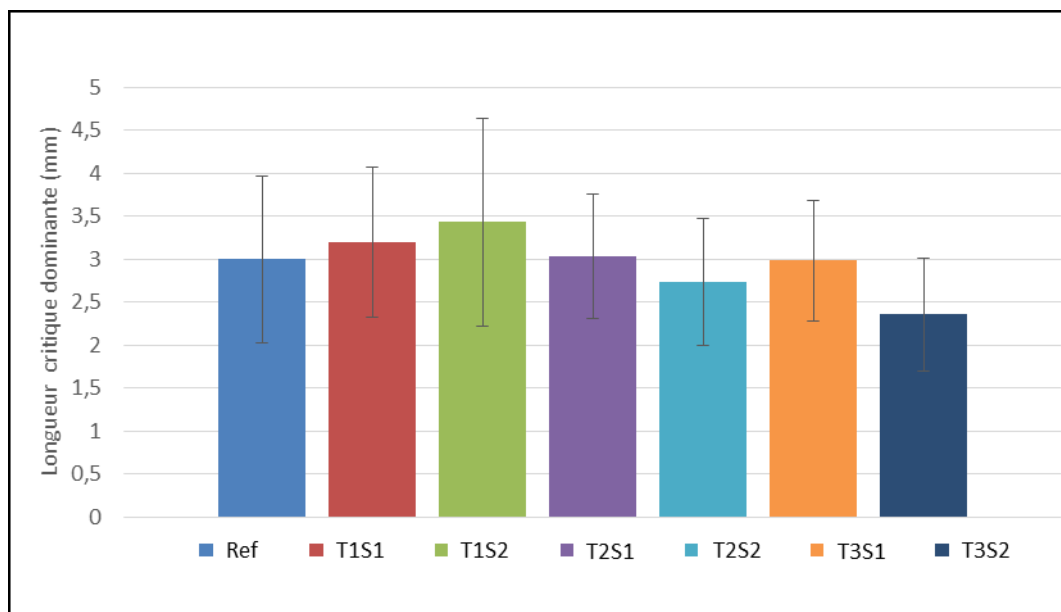


Fig. V.6 : Comparaison des valeurs dominantes des longueurs critiques de fragments mesurées après les tests de fragmentation sur éprouvettes monofilamentaires avec fils traités au H_2O_2 et non traités.

Plusieurs remarques peuvent être effectuées à partir de ces résultats (Figures V.5 et V.6) :

- Les traitements à forte concentration de peroxyde d'hydrogène T1S1 et T1S2 ne permettent pas de diminuer les longueurs critiques des fragments par rapport au fil non traité.
- Les traitements T2S1 et T3S1 ne modifient pas la valeur des longueurs critiques par rapport au fil non traité.
- Pour les concentrations en H_2O_2 de 30% et 10% (T2 et T3), le séchage S2 semble être plus intéressant, en diminuant les longueurs critiques par rapport au S1.
- Le traitement T3S2 est celui qui permet d'obtenir les valeurs de longueurs critiques les plus faibles.

Les valeurs de la contrainte maximale de cisaillement à l'interface fil/matrice (IFSS) ont ensuite été calculées à l'aide de l'équation III.2. La figure V.7 permet de comparer les valeurs d'IFSS obtenues pour chaque configuration du traitement chimique relativement à la valeur obtenue avec le fil non traité.

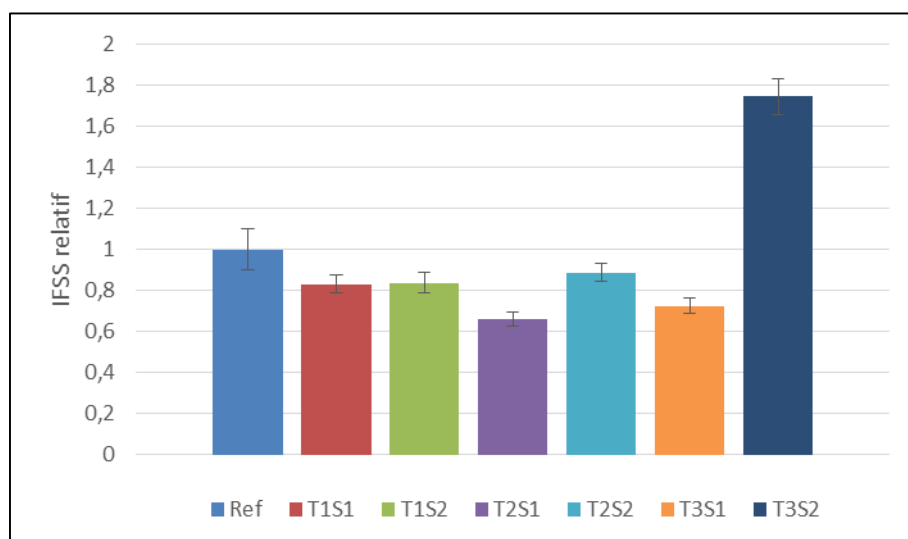


Fig. V.7 : Comparaison des valeurs d'IFSS obtenues pour chaque configuration du traitement au H_2O_2 relativement à la valeur obtenue avec le fil non traité.

Les résultats montrent que le seul traitement au peroxyde d'hydrogène qui permet d'améliorer l'adhésion interfaciale est le traitement à 10% d' H_2O_2 avec un séchage 24h à 103°C à pression atmosphérique (T3S2). Ce traitement permet d'augmenter la valeur d'IFSS de presque 80% (Fig. V.7). Ce traitement chimique n'est pas celui qui aboutit à la meilleure oxydation du fil, cependant, sa faible concentration en H_2O_2 a permis de ne pas trop endommager les fibres et donc d'obtenir la meilleure tenue à l'interface.

Après chaque test de fragmentation, les longueurs de décohesion interfaciale autour de chaque fragmentation ont également été mesurées à la binoculaire. L'objectif était de vérifier que, lorsque l'adhésion fil/matrice est améliorée, la longueur de décohesion à l'interface est bien diminuée. C'est effectivement ce que montre la figure V.8, où les plus faibles valeurs de longueurs de décohesion ont été mesurées pour le traitement T3S2, c'est-à-dire pour le traitement ayant la plus haute valeur d'IFSS.

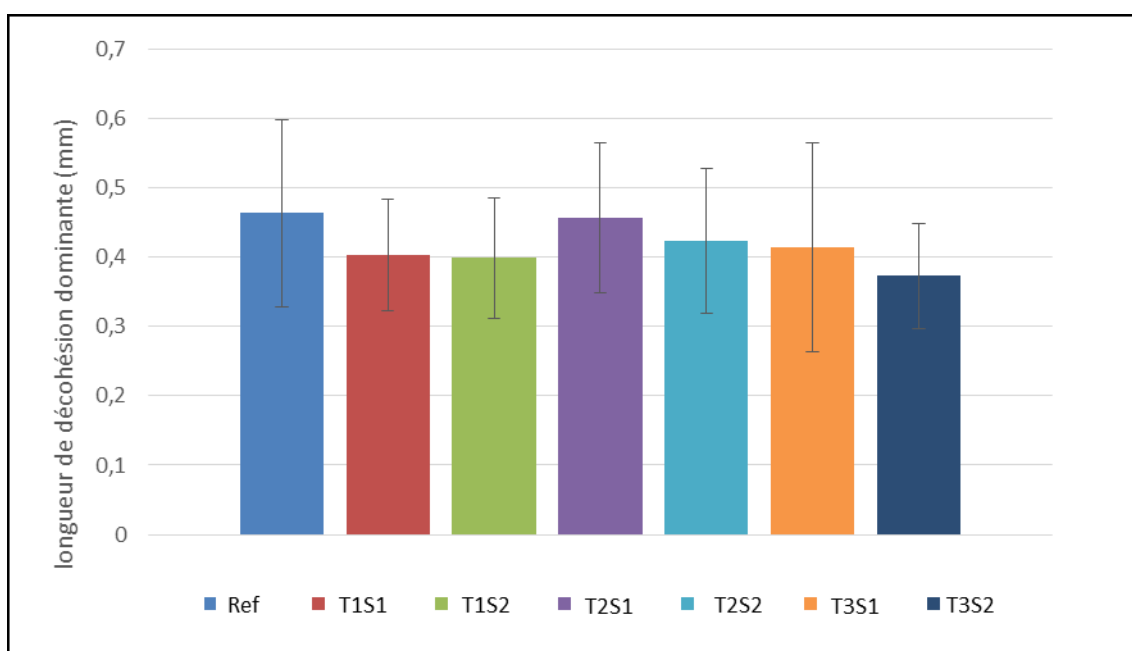


Fig. V.8 : Comparaison des valeurs dominantes des longueurs de décohesion interfaciale mesurées après les tests de fragmentation sur éprouvettes monofilamentaires avec fils traités H_2O_2 et non traités.

Pour mieux comprendre les différentes qualités d'adhésion interfaciale obtenues en fonction du traitement appliqué, les fils traités ont été observés au MEB-FEG. La figure V.9 présente les images réalisées sur les fils traités avec les trois concentrations d' H_2O_2 (T1, T2 et T3) puis séchés avec le séchage S2.

La concentration en H_2O_2 est directement liée à la quantité visible de cires et autres liants sur les fils (Fig. V.9). Plus la concentration est élevée (T1S2), plus le fil est « nettoyé ». De plus, pour le traitement avec la plus grande concentration en H_2O_2 , le fil a un diamètre apparent plus important car les fibres sont plus dispersées. Pour le traitement T3S2, les fibres sont encore liées ensemble au sein du fil.

Les faciès de rupture des éprouvettes monofilamentaires ont également été observés au MEB-FEG et sont présentés pour les mêmes configurations de traitement sur la figure V.10.

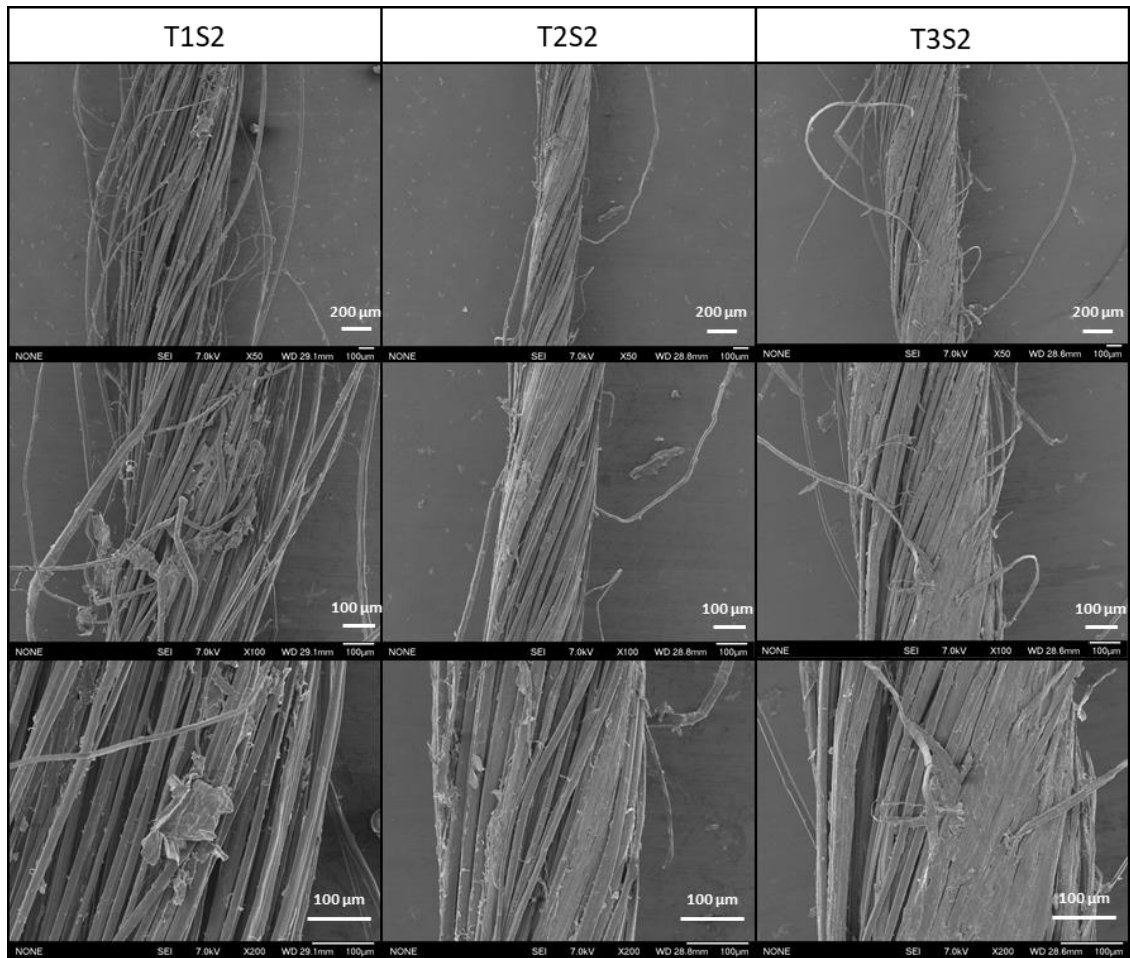


Fig. V.9 : Micrographies au MEB-FEG des fils traités avec les trois concentrations d'H₂O₂ (T1, T2 et T3) puis séchés avec le séchage S2.

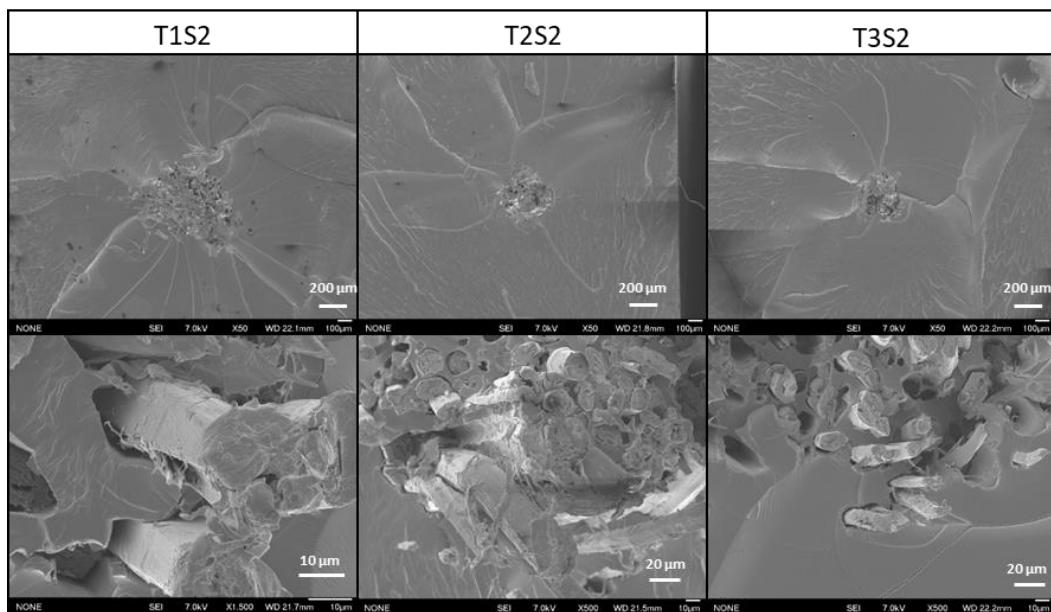


Fig. V.10 : Faciès de rupture observés au MEB-FEG des éprouvettes monofilamentaires chanvre/Epolam élaborées avec les fils traités avec les trois concentrations d'H₂O₂ (T1, T2 et T3) puis séchés avec le séchage S2.

L'observation des faciès de rupture confirme la variation de la section du fil selon la concentration en H_2O_2 mais ne permet pas de différencier le comportement à l'interface selon la concentration (Fig. V.10).

Un scan microtomographique avec une grande résolution (1,5 microns/voxel) a été réalisé au niveau d'une fragmentation sur une éprouvette monofilamentaire élaborée avec un fil traité de type T3S2 (Fig.V.11). Sur la figure V.11, on observe la fragmentation, constituée des ruptures des fibres et orientée perpendiculairement à la direction de sollicitation. On voit également la décohésion interfaciale qui a lieu tout autour du fil à l'interface avec la matrice au niveau de la fragmentation. La longueur de décohésion mesurée par microtomographie est d'environ $300\mu m$, ce qui correspond bien aux valeurs mesurées à la binoculaire pour ce traitement (Fig. V.8).

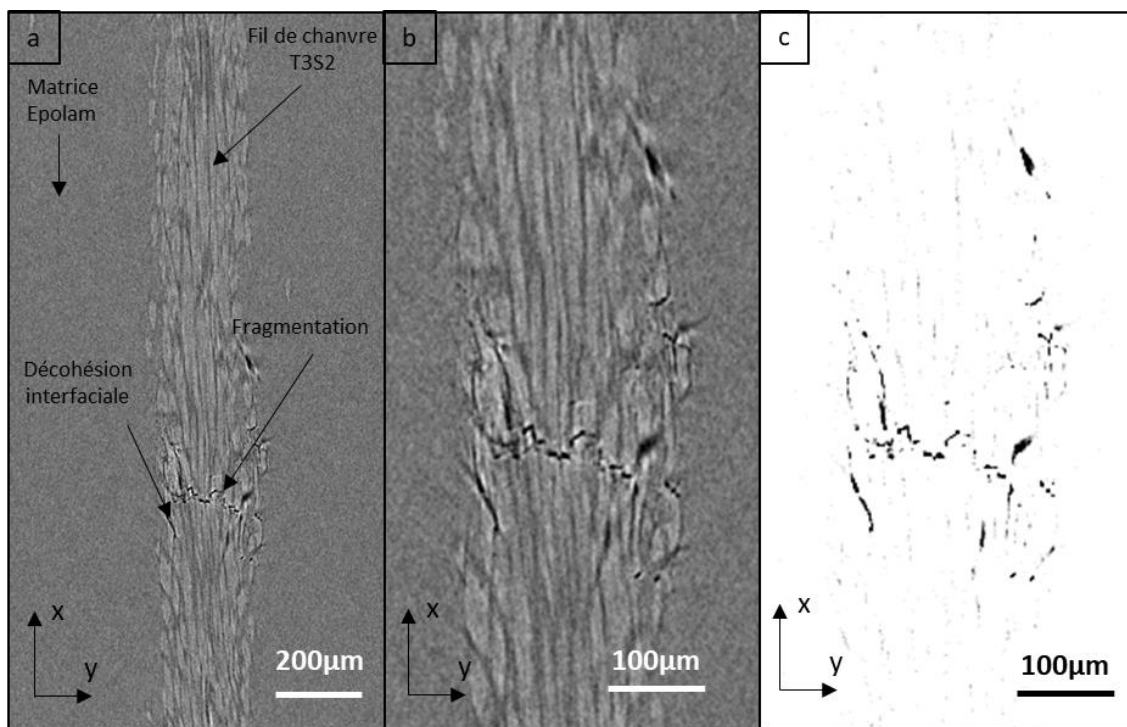


Fig. V.11 : Microtomographies d'une zone de fragmentation sur une éprouvette monofilamentaire chanvre/Epilam élaborée avec un fil ayant subi le traitement de type T3S2 : a) vue globale, b) zoom sur la fragmentation, c) segmentation des endommagements (en noir).

Pour conclure sur les différentes configurations du traitement au peroxyde d'hydrogène testées, on a vu que ce type de traitement chimique permet une oxydation des fibres de chanvre et un nettoyage des impuretés et des liants sur les fibres. Le traitement optimum concernant l'adhésion interfaciale s'avère être le traitement à 10% d' H_2O_2 avec un séchage 24h à $103^\circ C$ à pression atmosphérique (T3S2). Avec ce traitement, la valeur de l'IFSS est augmentée de 50% par rapport au fil non traité, et les longueurs de décohésion interfaciale sont diminuées de 20%.

V.3. Optimisation du traitement par plasma froid

Différentes configurations du traitement par plasma froid ont également été testées afin de sélectionner la plus prometteuse. Tous ces traitements ont été réalisés par le laboratoire IC2MP de Poitiers (Onillon and Fourré, 2019). Les paramètres testés sont : la durée, la puissance, le taux d'humidité et la nature du gaz utilisé.

Le réacteur utilisé a une configuration cylindrique. Le principe de fonctionnement est d'ioniser le gaz entre deux électrodes, ce qui permet de générer un plasma de surface. La première électrode est constituée d'un filament en spirale en acier inoxydable, s'adaptant à la paroi intérieure d'un cylindre en verre d'un diamètre de 4 cm (Fig. V.12.a). La deuxième électrode est une feuille de cuivre enroulée autour de la paroi extérieure du cylindre. Les électrodes sont connectées à un générateur haute tension fournissant des impulsions bipolaires. La hauteur totale du plasma dans le cylindre est de 10 cm. Il est d'ailleurs possible de l'observer durant le traitement (Fig. V.12.b). Il a été vérifié que la température ne dépassait pas 90°C pendant le traitement.

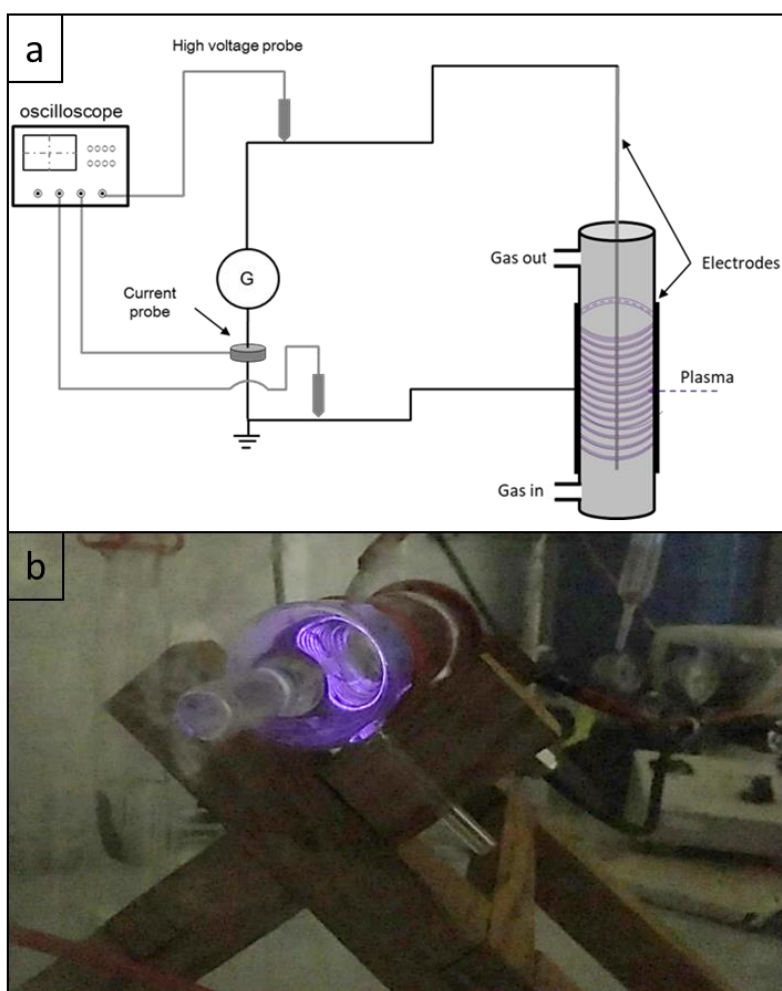


Fig. V.12 : a) Schéma du réacteur plasma de l'IC2MP, b) visualisation du plasma en cours de traitement.

Tous les traitements des fils de chanvre ont été effectués avec un flux de gaz de 100mL/min. Plusieurs tests préliminaires ont été réalisés. Ils ont montré qu'une durée de traitement trop courte (2 min) produit un traitement non homogène sur le fil, et une durée trop longue (10 min) dégrade le fil. Finalement, une durée de 5 min de traitement a donc été choisie. Concernant le taux d'humidité, des tests ont été faits en faisant buller le gaz utilisé dans l'eau. Mais cela a entraîné une réduction du champ électrique et une baisse de la densité électronique des décharges du plasma, créant également une dissymétrie du plasma. Cette méthode a donc été abandonnée. Enfin, des tests sous flux d'argon ont été réalisés mais n'ont pas été concluants. Finalement, trois configurations ont été retenues : sous flux d'air avec une puissance de 15W ou de 25W et sous flux d'oxygène à 25W (Tab. V.4).

Traitement	Gaz	Flux (mL/min)	Puissance (W)	Durée (min)
TP1	Air	100	25	5
TP2	Air	100	15	5
TP3	Oxygène	100	25	5

Tab. V.4 : Les différentes configurations de traitement par plasma testées

Les trois configurations de traitement par plasma ont été appliquées aux fils de chanvre. Une analyse par spectrométrie IR a également été réalisée (Fig. V.13). Pour chaque traitement, des spectres ont été enregistrés à quatre endroits différents du fil traité, afin de vérifier l'homogénéité de l'action du traitement tout le long du fil.

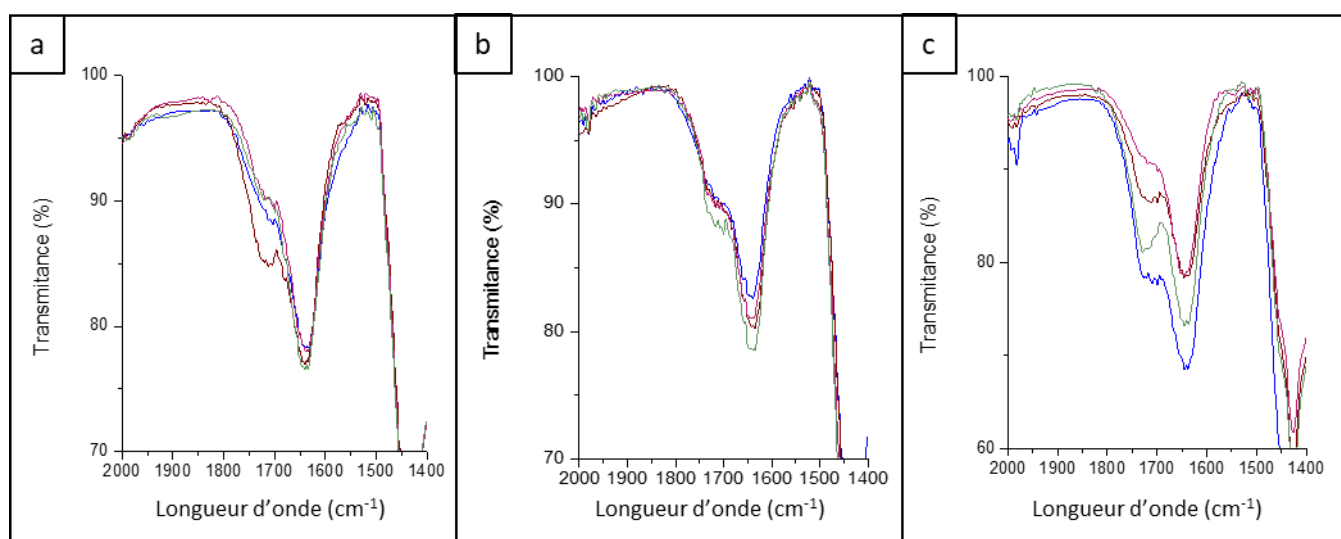


Fig. V.13 : Spectre infrarouge de 2000 à 1400 cm^{-1} après traitement plasma a) TP1, b) TP2 et c) TP3 sur différents morceaux de fil traité.

Le traitement plasma a une forte influence sur la bande à 1735cm^{-1} correspondant à la vibration d'élongation des liaisons C=O (Fig. V.13). Le traitement qui ressort comme étant le plus homogène et répétable est le traitement TP2. En effet, les différents spectres obtenus avec le traitement TP2 sont très proches (Fig. V.13.b). Dans le cas du traitement TP1, les spectres montrent de plus fortes dispersions (Fig. V.13.a), et le traitement sous flux d'oxygène (TP3) se révèle être le moins homogène (Fig. V.13.c).

Après traitement, les diamètres des fils ont été mesurés et comparés à ceux des fils de référence (figure V.14).

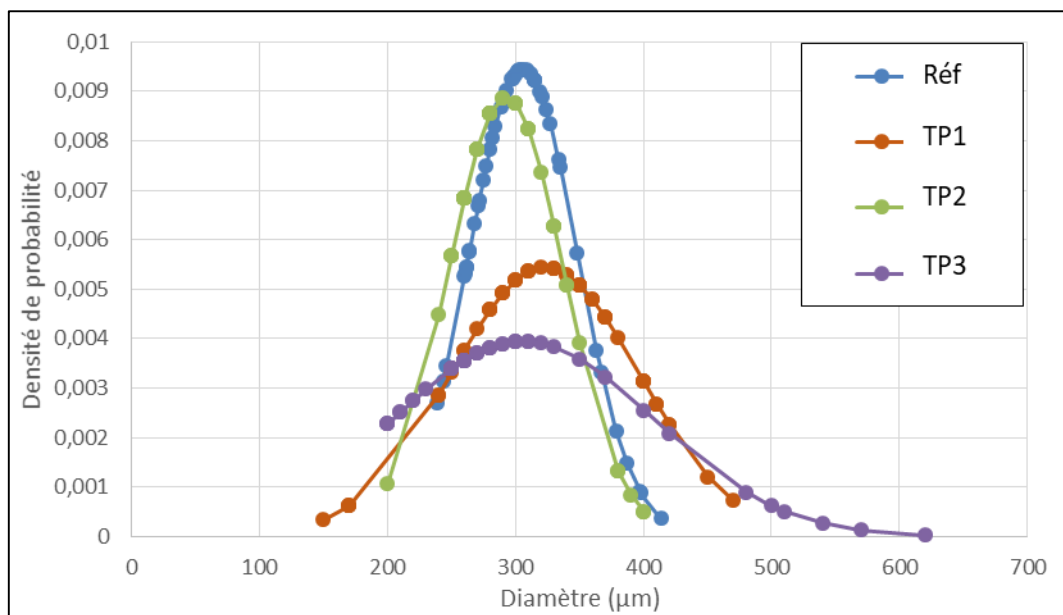


Fig. V.14 Diamètre des fils de chanvre après traitement par plasma et comparaison avec les fils non traités (Réf).

Les résultats montrent que les traitements par plasma ne modifient pas la valeur moyenne du diamètre des fils de chanvre (Fig. V.14). En effet, contrairement aux traitements chimiques testés dans la section précédente (Fig. V.3), le plasma ne dégrade pas la cohésion entre les fibres du fil. Cela peut se voir par exemple sur les observations au MEB-FEG réalisées sur un fil traité avec le traitement par plasma de type TP2 (Fig. V.15).

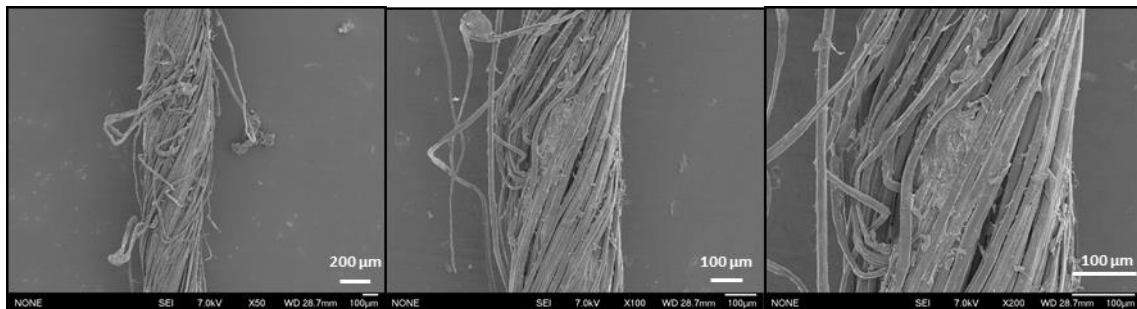


Fig. V.15 : Micrographies au MEB-FEG d'un fil traité par plasma de type TP2 à différents grossissements.

Des essais de traction à l'ambiante sur fils traités ont ensuite été réalisés. Une dizaine d'essais a été effectuée pour chacun des trois traitements afin de pouvoir tracer les fonctions de répartition de Weibull. Les valeurs dominantes des forces à rupture sont présentées sur la figure V.16.

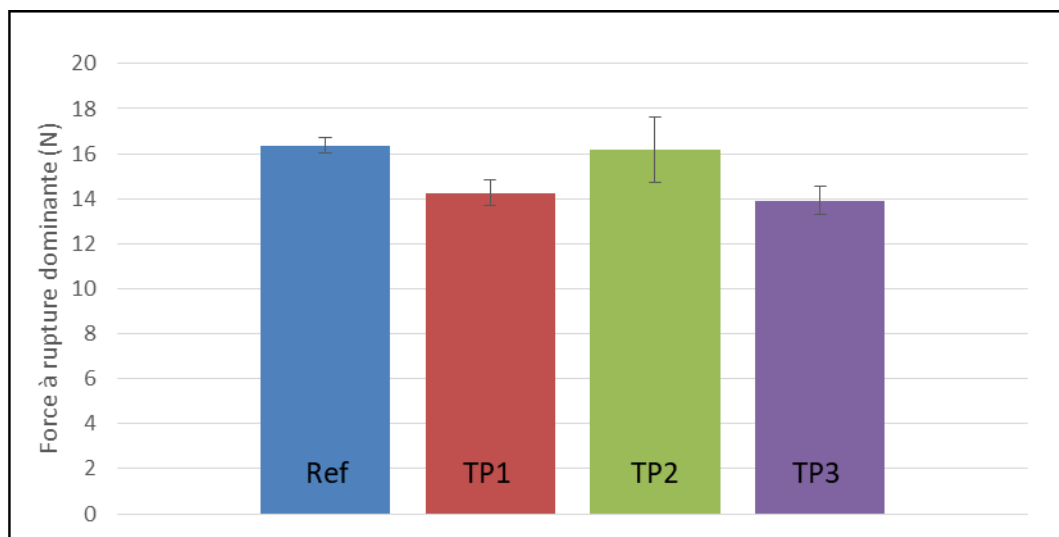


Fig. V.16 : Force à rupture en traction des fils traités par plasma et non traités (Ref).

La figure V.16 montre que le traitement par plasma de type TP2 (sous air à 15W) est celui qui permet de conserver une force à rupture en traction proche de celle des fils non traités. De plus, ce traitement est le plus écologique des trois configurations testées puisqu'il a lieu sous flux d'air (pas besoin d'oxygène pur) et c'est le moins énergétique (15W).

Finalement, c'est donc le traitement sous air avec une puissance de 15W (TP2) qui sera retenu pour fabriquer des éprouvettes monofilamentaires chanvre/Epilam puis réaliser des tests de fragmentation.

V.4. Comparaison des traitements sélectionnés

Des fils de chanvre ont été traités avec les deux traitements sélectionnés : le traitement à 10% d' H_2O_2 avec un séchage de 24h à 103°C à pression atmosphérique (T3S2), et le traitement par plasma sous air avec une puissance de 15W (TP2). Des éprouvettes monofilamentaires ont ensuite été fabriquées avec ces fils traités et de la résine Epolam. Des essais de fragmentation ont été réalisés sur une dizaine d'éprouvettes pour chaque configuration. Les longueurs critiques des fragments et les longueurs de décohésion interfaciale mesurées à la binoculaire ont ainsi pu être comparées à celles obtenues avec les éprouvettes monofilamentaires de référence (élaborées avec des fils non traités) (Fig. V.17 et V.18). Sur ces figures, chaque point représente une mesure.

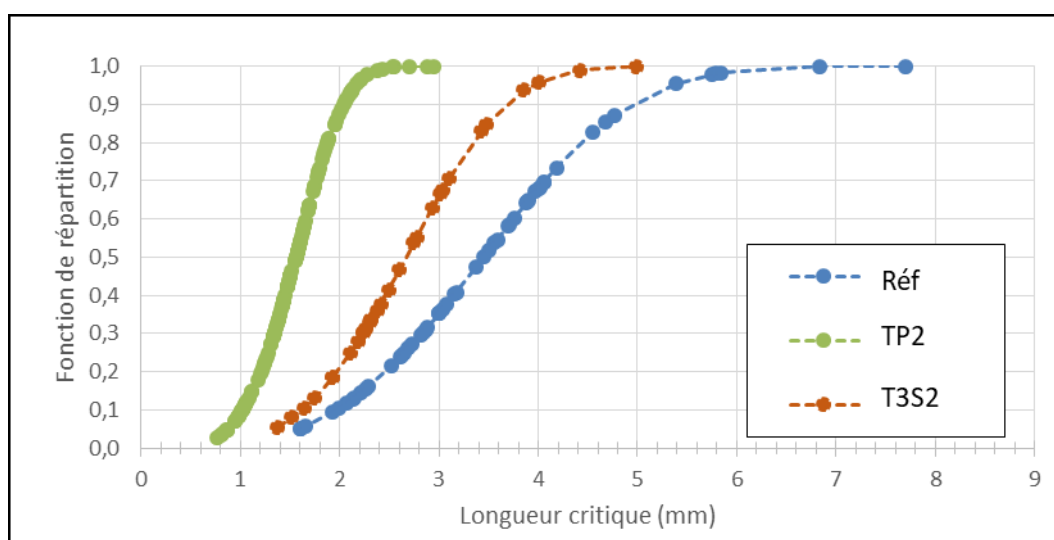


Fig. V.17 : Analyse de Weibull des longueurs critiques de fragments mesurées après les tests de fragmentation sur éprouvettes monofilamentaires avec fils traités au H_2O_2 (T3S2) ou au plasma (TP2) et non traités.

Les résultats montrent que les valeurs des longueurs critiques de fragments sont moins dispersées dans le cas du traitement par plasma, et plus faibles que pour le traitement au peroxyde d'hydrogène et les non traités (Fig. V.17). Ce résultat va dans le sens d'une meilleure adhésion interfaciale pour le traitement par plasma.

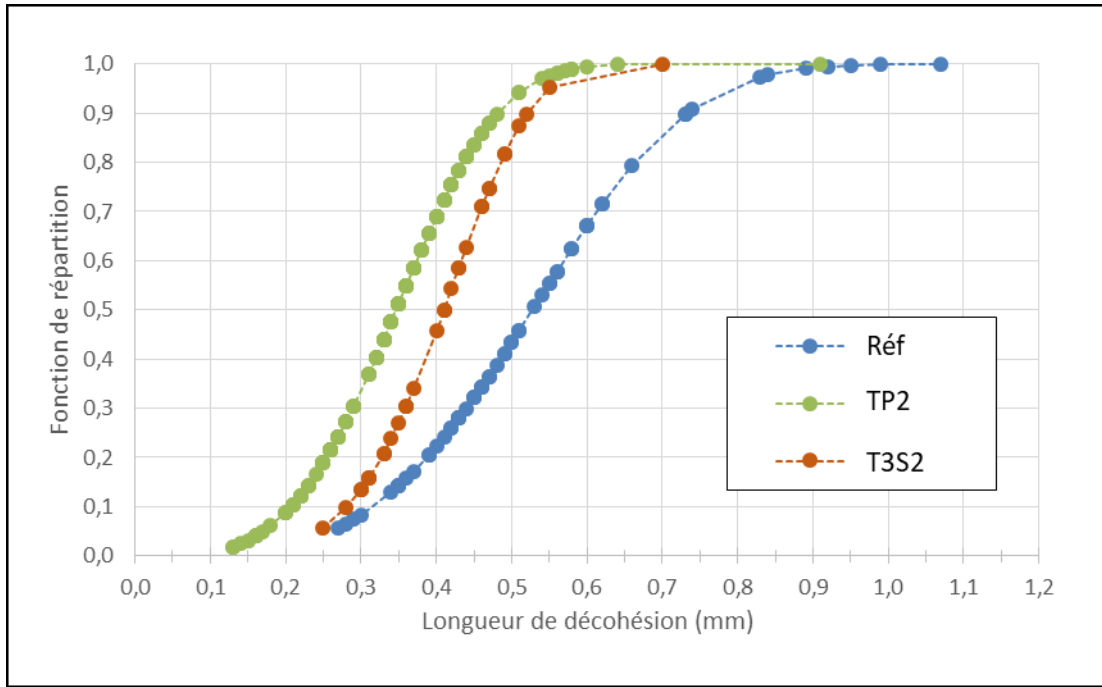


Fig. V.18 : Analyse de Weibull des longueurs de décohesion interfaciale mesurées après les tests de fragmentation sur éprouvettes monofilamentaires avec fils traités au H_2O_2 (T3S2) ou au plasma (TP2) et non traités.

Les longueurs de décohesion interfaciale sont également plus faibles pour les fils traités par plasma que pour ceux traités au peroxyde d'hydrogène ou non traités (Fig. V.18). En effet, les valeurs dominantes mesurées sont de $300\mu m$ pour le traitement par plasma contre $370\mu m$ pour le traitement par H_2O_2 et $460\mu m$ pour les non traités (Tab. 2), ce qui confirme la meilleure adhésion fil/matrice avec le traitement par plasma.

Finalement, les valeurs de contrainte maximale de cisaillement à l'interface (IFSS) ont été calculées (Tab. V.5) et comparées (Fig. V.19).

Traitement du fil	$F_f^{rup}(l_c)$ (N)	l_c (mm)	IFSS (MPa)	l_d (mm)
Sans traitement	$18,4 \pm 3,5$	$3,2 \pm 0,7$	$13,5 \pm 4$	$0,46 \pm 0,07$
T3S2	$27,5 \pm 3,5$	$2,35 \pm 0,15$	$24,2 \pm 4$	$0,37 \pm 0,04$
TP2	$23,7 \pm 3,5$	$1,4 \pm 0,15$	$44,7 \pm 4$	$0,30 \pm 0,05$

Tab. V.5 : Forces à rupture des fils seuls, longueurs critiques des fragments, valeurs d'IFSS et longueurs de décohesion interfaciale pour les éprouvettes monofilamentaires chanvre/Épolam non traitées et traitées.

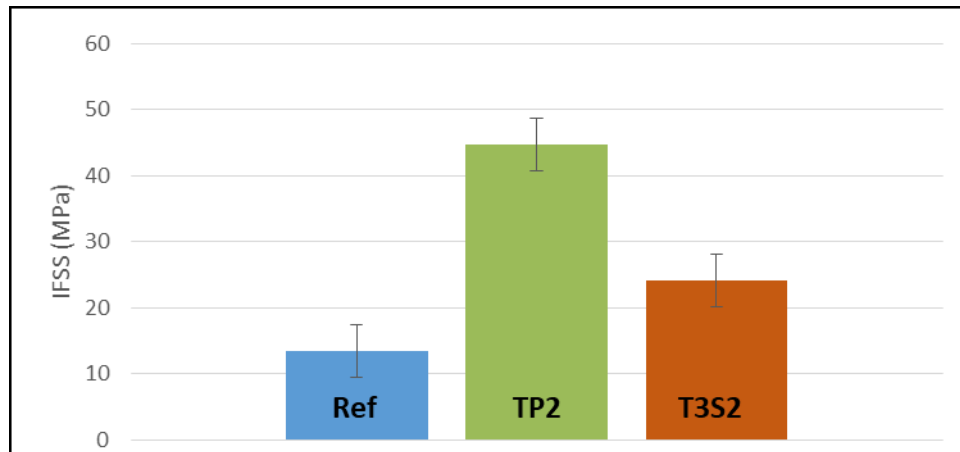


Fig. V.19 : Comparaison des valeurs d'IFSS mesurées pour l'interface chanvre/Epolam avec des fils de chanvre non traités, des fils traités à 10% d' H_2O_2 avec un séchage 24h à $103^\circ C$ à pression atmosphérique (T3S2), et des fils traités par plasma sous air avec une puissance de 15W (TP2).

Le traitement par plasma sous air à 15W fait presque doubler la valeur d'IFSS par rapport au traitement avec 10% d' H_2O_2 et séchage à $103^\circ C$, qui lui-même augmente de 80% l'IFSS par rapport à la valeur de référence. Ces résultats montrent que ces essais ont permis d'aboutir à l'optimisation de l'interface chanvre/Epolam dans des proportions significatives. Ces résultats sont à mettre en lien avec les faciès de rupture observés sur les éprouvettes de fragmentation (Fig. V.20). On constate que pour le fil traité par plasma, les ruptures de fibres sont majoritairement dans le plan de la fracture, avec très peu de déchaussements (Fig. V.20.c), contrairement aux autres micrographies (Fig. V.20.a.b).

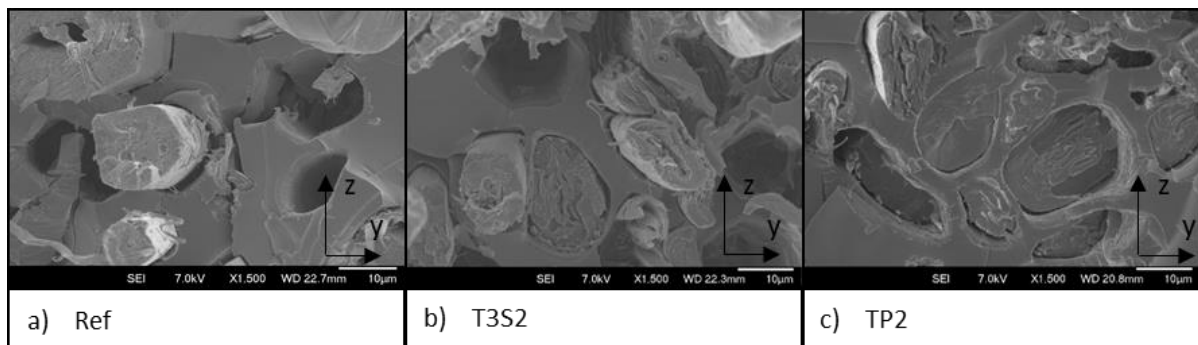


Fig. V.20 : Micrographie au MEB-FEG des faciès de rupture d'éprouvettes monofilamentaires après essai de fragmentation a) pour un fil de chanvre non traité b) pour un fil traité au peroxyde d'hydrogène T3S2 et c) pour un fil traité par plasma TP2.

Des analyses microtomographiques ont également été effectuées autour des fragmentations dans les trois configurations à des fins de comparaison (Fig. V.21). Là encore, on vérifie que les décohésions interfaciales minimales sont obtenues pour le traitement par plasma (Fig.21.c).

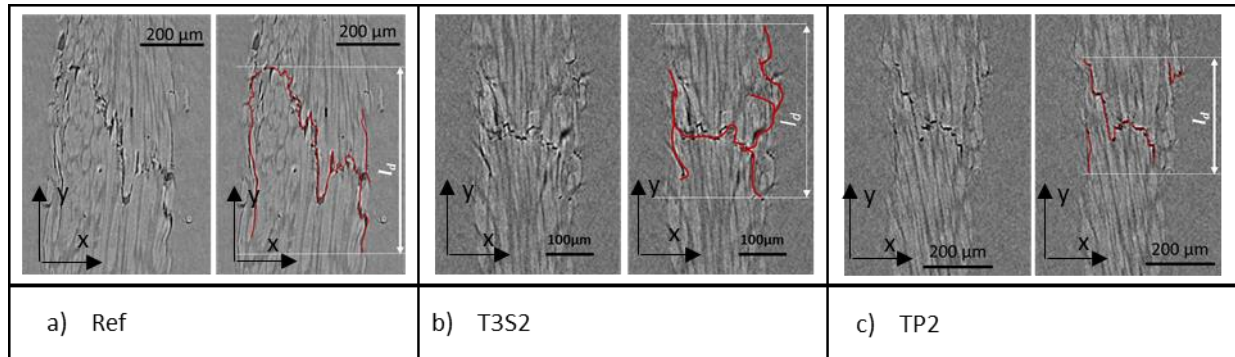


Fig. V.21 : Microtomographie d'une zone de rupture d'éprouvettes monofilamentaires après essai de fragmentation a) pour un fil de chanvre non traité, b) pour un fil traité au peroxyde d'hydrogène T3S2 et c) pour un fil traité par plasma TP2.

L'ensemble de ces résultats montre donc que le traitement par plasma sous air à 15W est le plus prometteur pour améliorer l'adhésion interfaciale dans les composites chanvre/Epolam. Cependant, appliquer cette technique à du tissu de chanvre est complexe et nécessite de mettre au point un nouveau réacteur. Pour l'application à l'échelle du composite tissé, c'est donc le traitement au peroxyde d'hydrogène à 10% et séchage à 103°C à pression atmosphérique qui a été choisi. Ce traitement, même s'il est moins efficace, permet aussi d'améliorer l'interface, et il est beaucoup plus facile à appliquer à l'échelle du tissu.

V.5. Application à l'échelle du composite

Le traitement au peroxyde d'hydrogène sélectionné dans la section précédente a été appliqué sur le renfort tissé du composite. Pour cela, les sept plis de tissu de chanvre nécessaires à l'élaboration du composite ont été plongés pendant 15 minutes dans une solution d' H_2O_2 à 10%. Après traitement, les plis de tissu ont été rincés à l'eau distillée avant d'être séchés pendant 24h à 103°C. Une plaque de composite a ensuite été fabriquée par infusion avec ces plis de tissu traités et de la résine EPOLAM, de la même manière que le composite non traité. Des éprouvettes $[(0/90)]_7$ et $[(\pm 45)]_7$ ont ensuite été découpées dans cette plaque.

Pour étudier l'influence du traitement du renfort sur le composite tissé, différentes propriétés ont été analysées : l'absorption d'eau, afin de connaître l'influence du traitement sur

l'hydrophilie du composite, le comportement en traction suivant les trois conditionnements, Ambient, Eau et Séché, ainsi que le comportement en fatigue avec le conditionnement Ambient.

V.5.1. Influence sur l'absorption d'eau

Plusieurs éprouvettes de composite tissé traité ont été immergées dans l'eau pendant trois mois. Un exemple de courbe de suivi gravimétrique pour une éprouvette $[(\pm 45)]_7$ est visible sur la figure V.22.

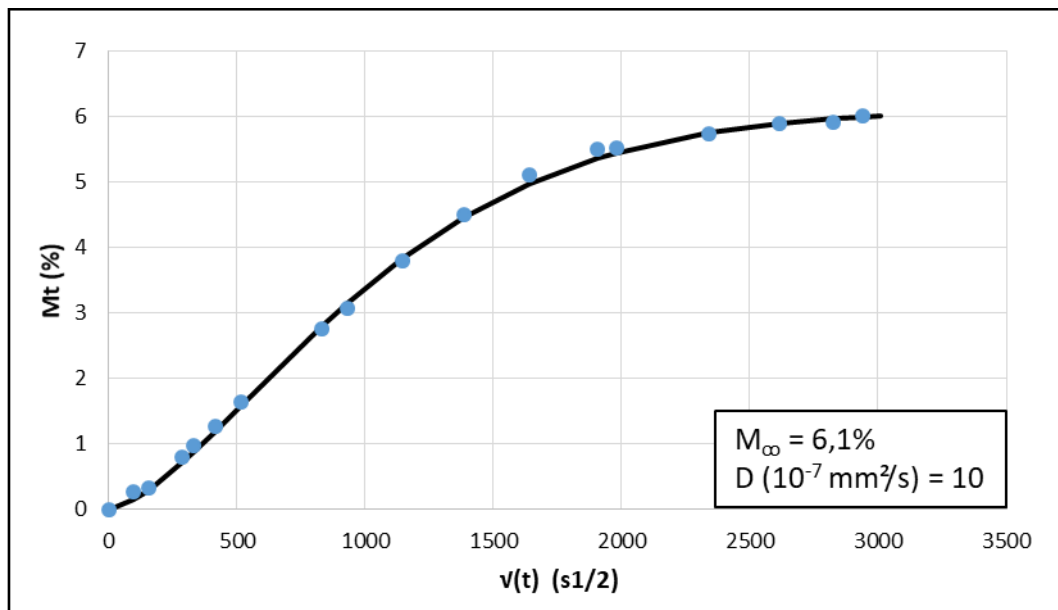


Fig. V.22 : Courbe d'absorption d'eau d'une éprouvette $[(\pm 45)]_7$ de composite tissé chanvre/Epolam traité au peroxyde d'hydrogène avec modèle de Fick associé.

Le comportement en absorption d'eau est Fickien, comme pour le composite non traité (Fig.III.3). Le composite traité a également atteint la saturation au bout de trois mois, comme pour le composite non traité, et la prise en eau à saturation est identique. Par contre, le coefficient de diffusion est 30% plus élevé que pour le composite non traité (Tab. III.1). Il semblerait donc que ce traitement augmente la cinétique d'absorption d'eau du composite, contrairement à ce qui était espéré.

V.5.2. Influence sur le comportement en traction

Dans cette partie, le comportement quasistatique du composite traité au peroxyde d'hydrogène va être étudié. Des essais de traction suivant les deux orientations, $[(\pm 45)]_7$ et $[(0/90)]_7$, et les trois conditionnements ont été effectués.

V.5.2.1. Courbes maîtresses de traction

La figure V.23 présente les courbes de traction obtenues pour le composite traité au peroxyde d'hydrogène suivant les orientations $[(\pm 45)]_7$ et $[(0/90)]_7$ en conditionnement Ambient. Toutes les valeurs obtenues pour le composite traité au peroxyde d'hydrogène sont données dans le tableau V.6 et sont comparées à celles du composite non traité.

En conditionnement Ambient, pour les deux orientations, la résistance en traction est plus faible que pour le composite non traité, ce qui est particulièrement marqué pour l'orientation $[(0/90)]_7$ qui a une contrainte à rupture diminuée de 40%. La déformation à rupture de l'orientation $[(\pm 45)]_7$ est également fortement diminuée, de l'ordre de 30% (Tab. V.6).

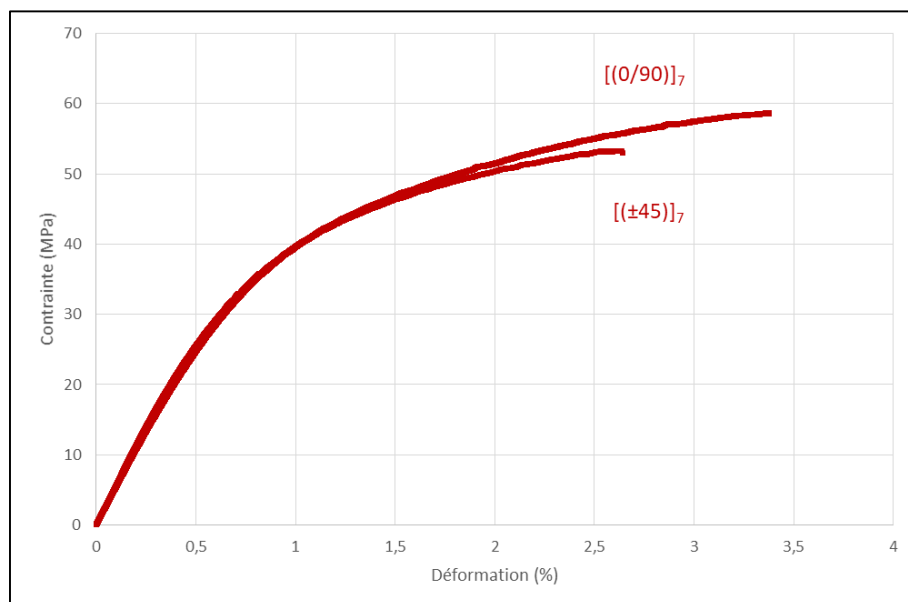


Fig. V.23 : Courbes de traction des composites traités au peroxyde d'hydrogène suivant les orientations $[(\pm 45)]_7$ et $[(0/90)]_7$ en conditionnement Ambient.

Ces résultats mettent en lumière un endommagement du renfort lors du traitement du tissu, phénomène qui n'était pas observé lors du traitement d'un fil seul. Le changement d'échelle du traitement semble donc être une étape plus complexe que la simple augmentation des volumes du réactif.

L'influence du conditionnement a également été étudiée. La figure V.24 montre les courbes de traction du composite traité pour le drapage $[(\pm 45)]_7$ dans les trois conditionnements. L'orientation $[(\pm 45)]_7$ a été sélectionnée pour ces tests car elle permet d'avoir un cisaillement plan

maximal le long des fils et donc de solliciter fortement l'interface. Elle sera ainsi plus représentative des effets du traitement sur la qualité de l'interface.

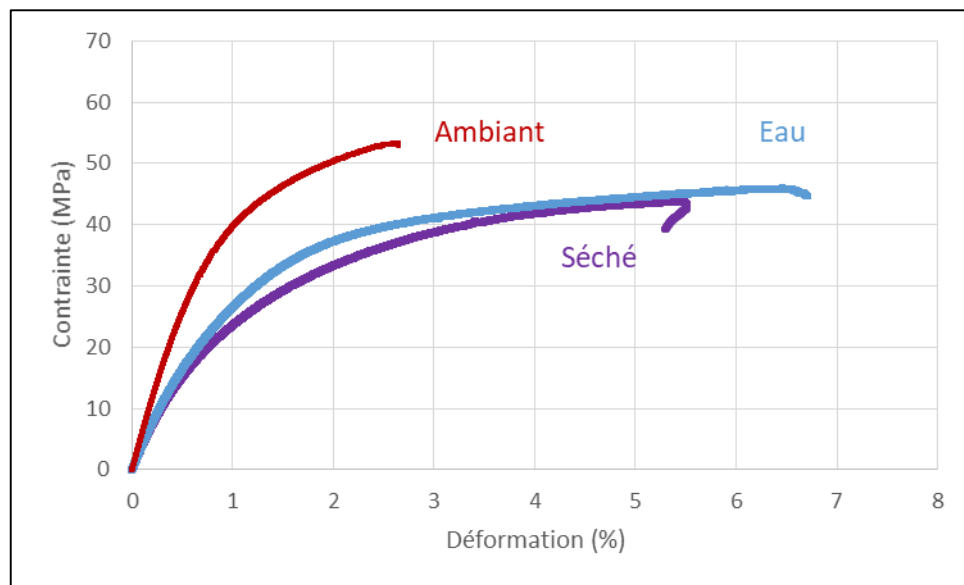


Fig. V.24 : Courbes de traction des composites $[(\pm 45)]_7$ traités au peroxyde d'hydrogène en conditionnement Ambient, Eau et Séché.

Sur la figure V.24, on peut voir que pour le composite $[(\pm 45)]_7$ traité au peroxyde d'hydrogène, comme pour le composite non traité, le conditionnement Ambient est le conditionnement ayant la contrainte à rupture et le module les plus élevés et la plus faible déformation à rupture. De même, le conditionnement Eau induit une plus grande déformation à rupture que les autres conditionnements. Pour le composite traité, le conditionnement Séché est proche du conditionnement Eau.

Finalement, les résultats du Tableau V.6 montrent que, contrairement à ce qui était attendu, le traitement au peroxyde d'hydrogène fait, dans toutes les configurations, baisser la résistance en traction et la déformation à la rupture du composite.

Orientation	Traitement	Conditionnement	Module (MPa)	Contrainte max (MPa)	Déformation (%)
[[± 45]] ₇	Sans traitement	Ambiant	5668 \pm 64	60 \pm 3	4,4 \pm 0,8
		Eau	3620 \pm 2	54 \pm 2	8,7 \pm 1,2
		Séché	4943 \pm 1071	54 \pm 1	6 \pm 1
	Peroxyde d'hydrogène	Ambiant	5975 \pm 5	54 \pm 0,5	2,9 \pm 0,2
		Eau	3850	46	6,7
		Séché	3690	44	5,5
[[0/90]] ₇	Sans traitement	Ambiant	9648 \pm 200	99 \pm 1	3,1 \pm 0,4
	Peroxyde d'hydrogène	Ambiant	4700 \pm 200	59 \pm 0,5	3,5 \pm 0,2

Tab. V.6 : Valeurs des modules d'Young, contraintes maximales et déformations à rupture mesurées en traction sur les composites tissés chanvre/E_gpolam dans les différentes configurations.
(*une seule éprouvette testée)

V.5.2.2. Activité acoustique en quasistatique

L'enregistrement de l'activité acoustique pendant les essais de traction pour chaque conditionnement permet de déterminer les cinétiques et les types d'endommagement créés. La même procédure d'analyse que pour les composites non traités, par PCA puis k-moyennes, a été appliquée. Les superpositions des courbes de traction et de l'activité acoustique pour le composite [[± 45]]₇ traité au peroxyde d'hydrogène pour les trois conditionnements sont présentées sur la figure V.25.

La figure V.25 montre que les trois conditionnements mènent à des évolutions de l'endommagement différentes. Pour le conditionnement Ambient, l'endommagement se déroule en deux temps avec une initiation de l'endommagement principalement matriciel et interfacial en début d'essai, avant une pause de l'activité acoustique qui reprend sur la deuxième moitié de l'essai, à partir d'une contrainte de 50MPa, et qui va mener à la rupture de l'éprouvette. Durant cette seconde partie de l'activité acoustique, l'endommagement possède une amplitude croissante. Pour le conditionnement Eau, l'endommagement se produit également en deux temps avec un endommagement en début d'essai beaucoup plus important en proportion que pour le conditionnement Ambient, qui concerne également majoritairement des endommagements matriciels et interfaciaux, avant une reprise de l'activité acoustique dans la deuxième moitié de l'essai avec une accélération de l'activité acoustique. Le conditionnement Séché ne s'endommage que durant la seconde partie de l'essai de traction, avec une amplitude croissante à l'approche de la rupture.

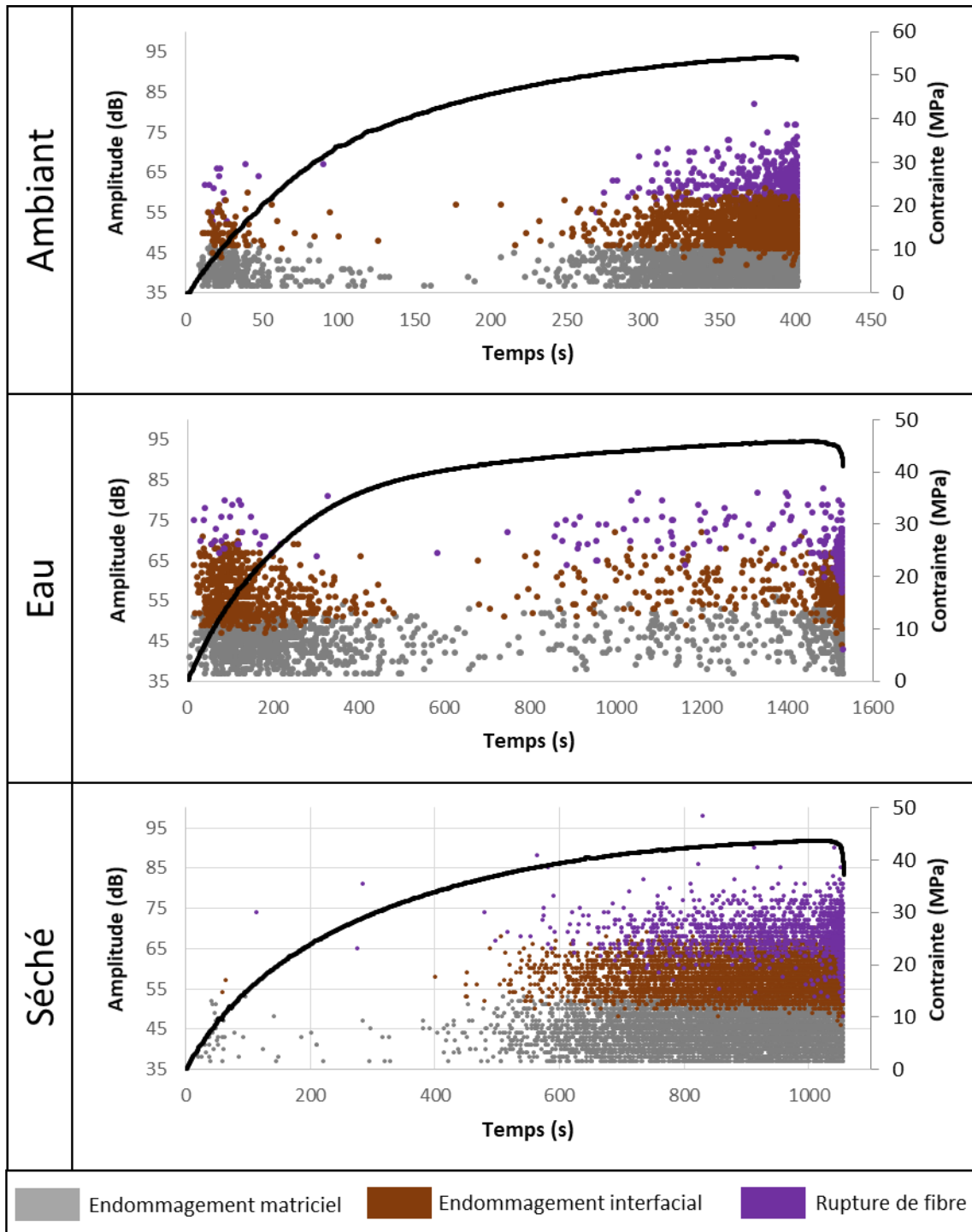


Fig. V.25 : Courbes de traction et activité acoustique triée par classe d'endommagement pour le composite $[(\pm 45)]_7$ traité au peroxyde d'hydrogène, pour les conditionnements Ambient, Eau et Séché.

Les courbes du nombre cumulé d'évènements acoustiques enregistrés pendant les essais de traction sont reportées sur la figure V.26 pour le composite $[(\pm 45)]_7$ traité au peroxyde d'hydrogène suivant chaque conditionnement, avec ou sans classification de l'endommagement.

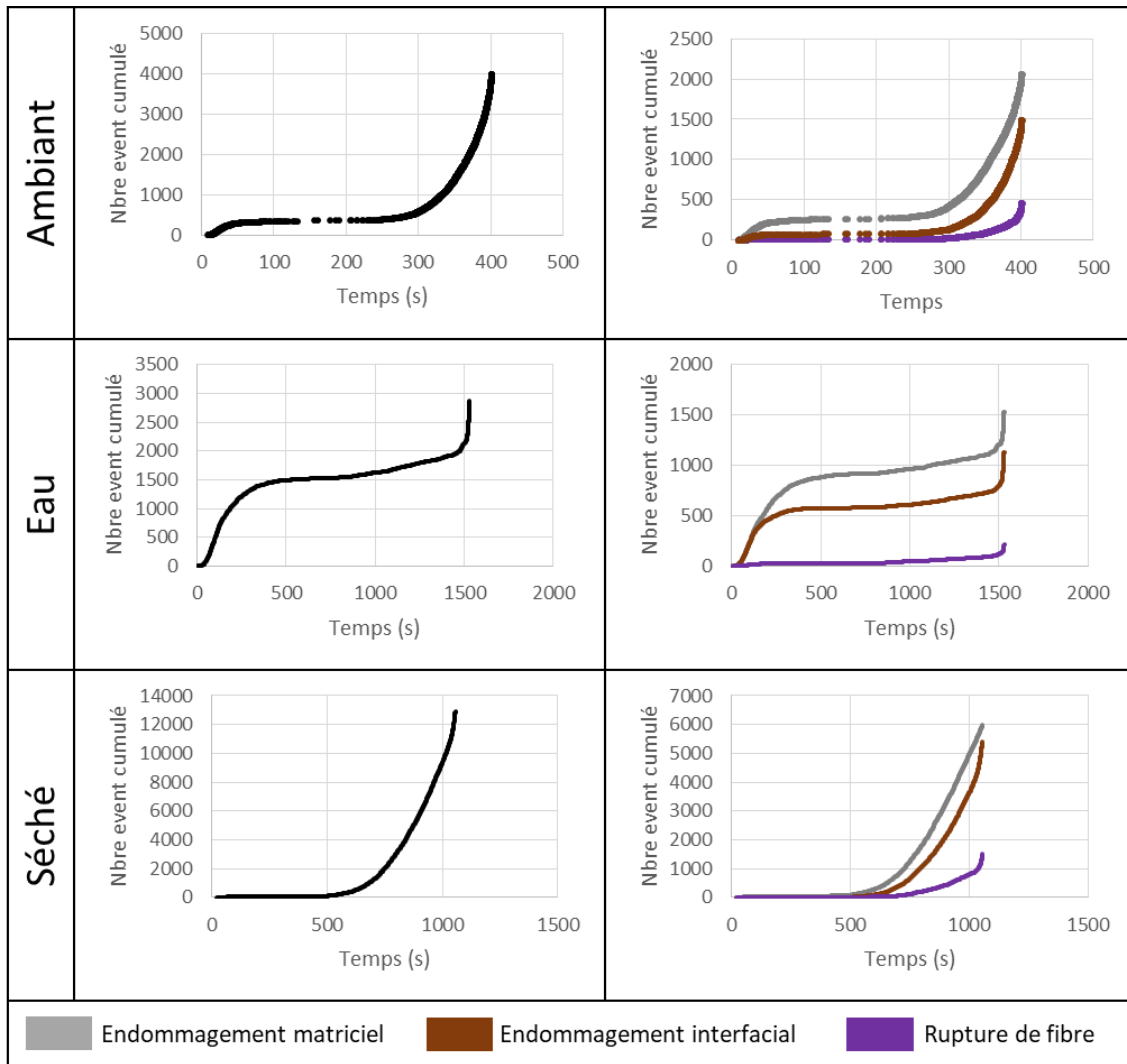


Fig. V.26 : Nombre cumulé d'évènements acoustiques enregistrés pendant les essais de traction sur le composite $[(\pm 45)]_7$ traité au peroxyde d'hydrogène pour les conditionnements Ambient, Eau et Séché, avec et sans classification de l'endommagement.

La figure V.26 confirme que la moitié de l'endommagement de l'éprouvette Eau se concentre sur le premier tiers de l'essai mécanique. La prédominance du type d'endommagement est quant à lui le même pour tous les conditionnements et est similaire à celui qui avait été obtenu pour le composite non traité (Fig. III.13). Il y a une majorité d'endommagement matriciel, suivi de près par l'endommagement interfacial, les ruptures de fibres étant nettement minoritaires en nombre.

Au vu de ces résultats, il semble bien que le traitement au peroxyde d'hydrogène ait fragilisé le renfort. Des endommagements se produisent donc dès le début de l'essai pour le conditionnement Ambient, et ils sont beaucoup plus nombreux pour le conditionnement Eau car il faut ajouter à cette fragilisation due au traitement, celle due au vieillissement hydrique. Par contre,

en conditionnement Séché, tous les premiers endommagements ont probablement eu lieu lors du séchage, et ne se voient donc pas sur ces courbes enregistrées pendant l'essai de traction.

V.5.3. Influence sur le comportement en fatigue

Après avoir déterminé le comportement en quasistatique du composite traité, des essais de fatigue en conditionnement Ambient ont été effectués afin de vérifier une éventuelle influence du traitement chimique sur la durée de vie en fatigue.

V.5.3.1. Comparaison des grandeurs mécaniques

Pour ce faire, des essais de fatigue ont été réalisés aux mêmes niveaux de chargement que le composite non traité, avec une seule éprouvette par niveau pour l'orientation $[(0/90)]_7$ et deux éprouvettes par niveau de contrainte pour l'orientation $[(\pm 45)]_7$. Les courbes de Wöhler ont été tracées avec le modèle d'Eparaachchi et Clausen associé. Les paramètres du modèle déterminés pour le composite traité sont donnés dans la Fig. V.27.a. La Fig. V.27.b présente les courbes de Wöhler obtenues pour le composite traité suivant les deux orientations. Les figures V.27.c et d présentent la comparaison des courbes de Wöhler pour les composites traités et non traités, pour les orientations $[(\pm 45)]_7$ et $[(0/90)]_7$ respectivement.

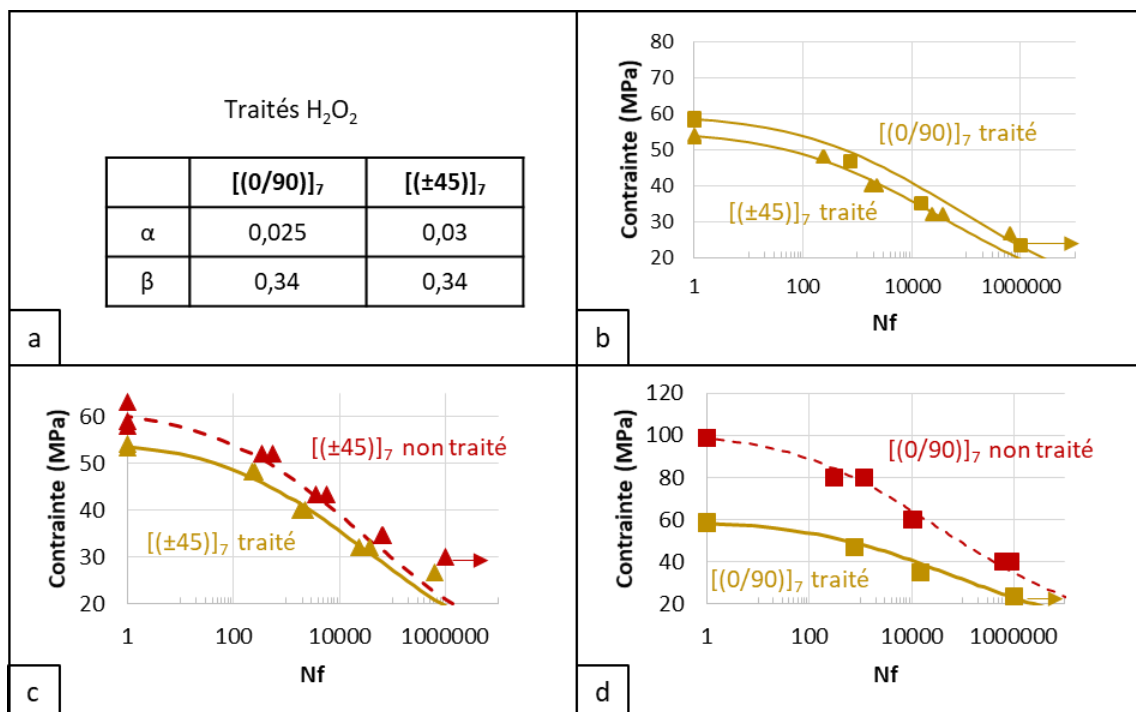


Fig. V.27 : Fatigue en conditionnement Ambient : a) Paramètres du modèle d'Eparaachchi et Clausen déterminés pour le composite traité au peroxyde d'hydrogène, b) Courbes de Wöhler du composite traité pour les orientations $[(\pm 45)]_7$ et $[(0/90)]_7$, comparaisons des composites traités et non traités c) pour $[(\pm 45)]_7$ et d) pour $[(0/90)]_7$.

Le composite $[(0/90)]_7$ traitée au peroxyde d'hydrogène possède des caractéristiques en fatigue beaucoup plus faibles en grandeurs absolues que pour le composite $[(0/90)]_7$ non traité, comme le montre la figure V.25d, et à peine plus importantes que pour le composite $[(\pm 45)]_7$ traité (Fig.V.25b). Cependant, il semblerait que les $[(0/90)]_7$ traités soient légèrement moins sensibles à la fatigue que les $[(0/90)]_7$ non traités, la pente de la courbe de Wöhler étant moins abrupte (Figure V.25d). Pour les composites $[(\pm 45)]_7$, la Figure V.25c montre que le matériau traité est légèrement moins résistant à la fatigue que le non traité, avec une sensibilité voisine. On notera également que pour le composite $[(\pm 45)]_7$ non traité, il n'y a pas rupture après un million de cycles pour un niveau de chargement à $0,5\sigma_{rupt}$, alors que pour le composite traité, ce niveau de chargement conduit à la rupture en fatigue après 621386 cycles.

Durant les essais de fatigue sur le composite $[(\pm 45)]_7$, les boucles d'hystérésis ont été enregistrées et ont permis de suivre l'évolution des déformations minimales et maximales (Fig.V.28), du module sécant (Fig. V.29), ainsi que l'évolution de l'aire des boucles d'hystérésis (Fig.V.30).

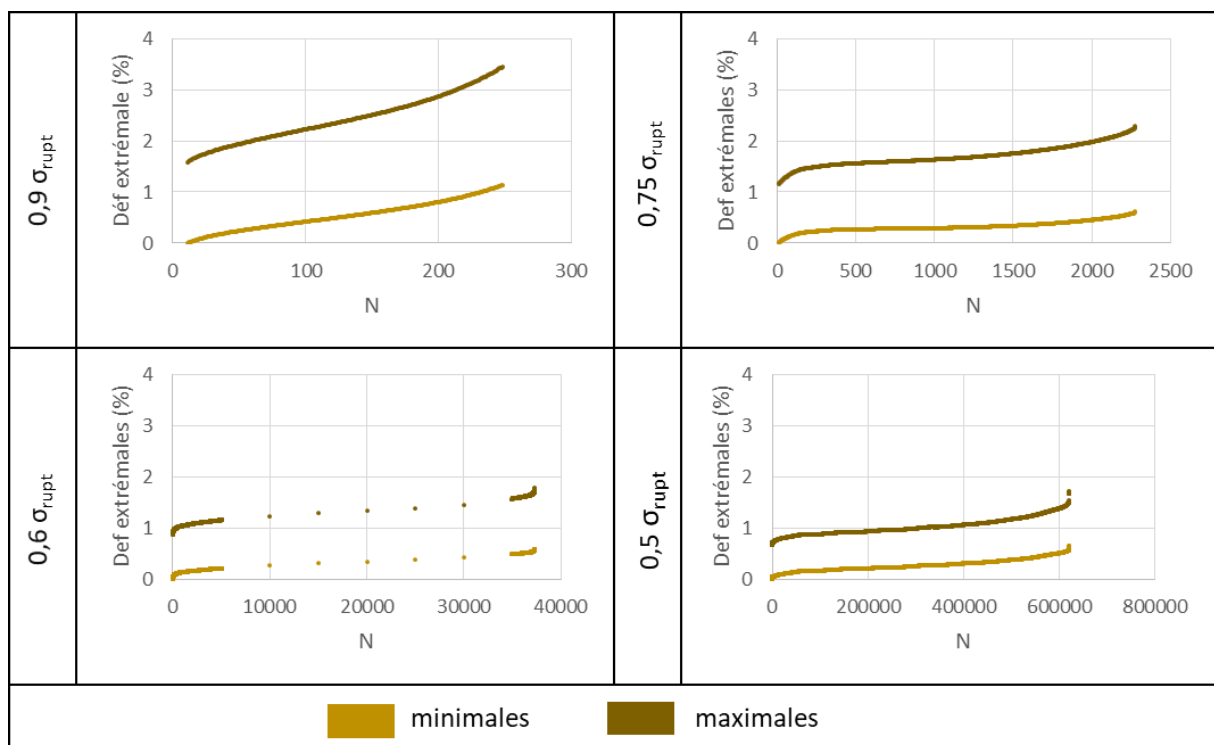


Fig. V.28 : Déformations extrêmes enregistrées pendant les essais de fatigue en conditionnement Ambient sur le composite $[(\pm 45)]_7$ traité au peroxyde d'hydrogène, pour chaque niveau de chargement.

Concernant les déformations minimales et maximales, la Figure V.28 mène aux mêmes conclusions que pour le composite $[(\pm 45)]_7$ non traité (Fig. IV.4 et IV.5). Plus le niveau de

contrainte est important, plus les déformations extrémales sont élevées, l'évolution des déformations étant croissante tout au long de l'essai avec trois zones qui peuvent être distinguées. Le traitement au peroxyde d'hydrogène n'induit donc pas de modification dans l'évolution des déformations extrémales lors d'un essai de fatigue.

L'évolution du module sécant normé pour le composite $[(\pm 45)]_7$ traité peroxyde (Fig. V.29) donne des informations sur la perte de rigidité de l'éprouvette tout au long des essais de fatigue, et les conclusions sont les mêmes que pour le composite non traité (Fig. IV.6). Plus le niveau de contrainte est élevé plus la chute de module sécant en fonction du nombre de cycles est importante. Trois zones peuvent également être définies comme pour les éprouvettes non traitées et le module sécant est strictement décroissant lors de l'essai de fatigue. Le module sécant à rupture se trouve pour tous les niveaux de contrainte à environs 70% du module sécant initial.

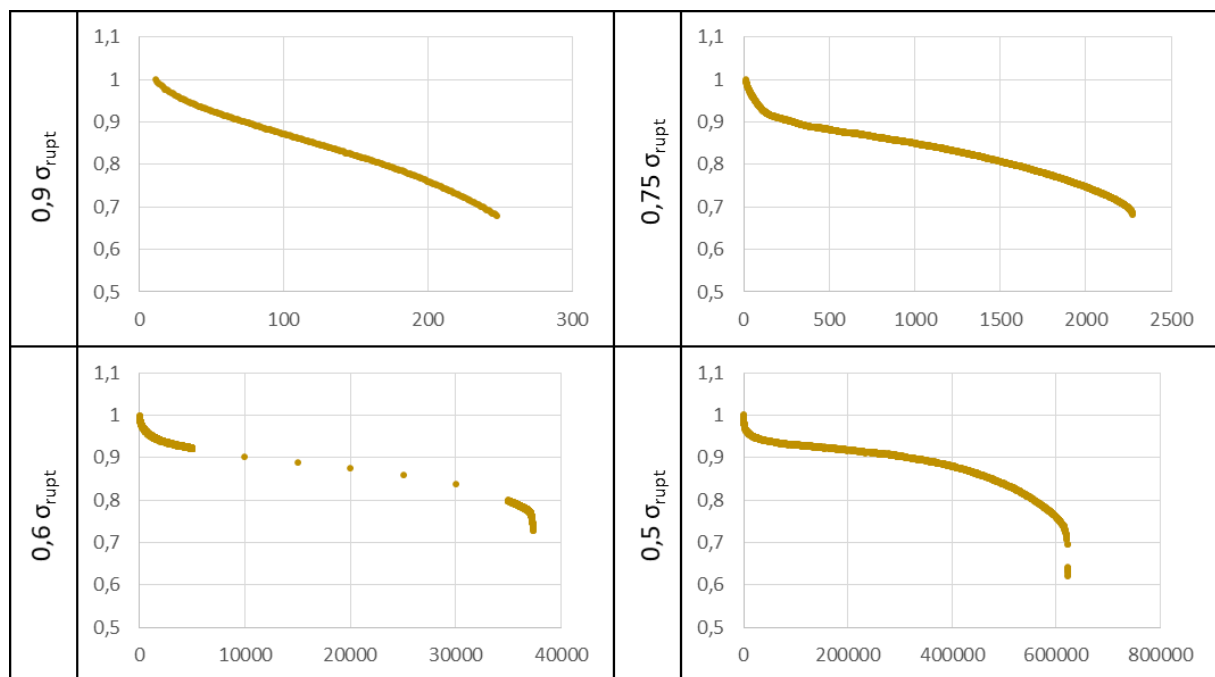


Fig. V.29 : Evolution du module sécant normé enregistré pendant les essais de fatigue en conditionnement Ambiant sur le composite $[(\pm 45)]_7$ traité au peroxyde d'hydrogène, pour chaque niveau de chargement.

Concernant l'évolution des aires des boucles d'hystérésis (Fig. V.30), l'évolution est également similaire à celle du composite non traité (Fig. IV.7) avec une aire quasi constante pour des niveaux de chargement inférieurs ou égaux à $0,6 \sigma_{rupt}$.

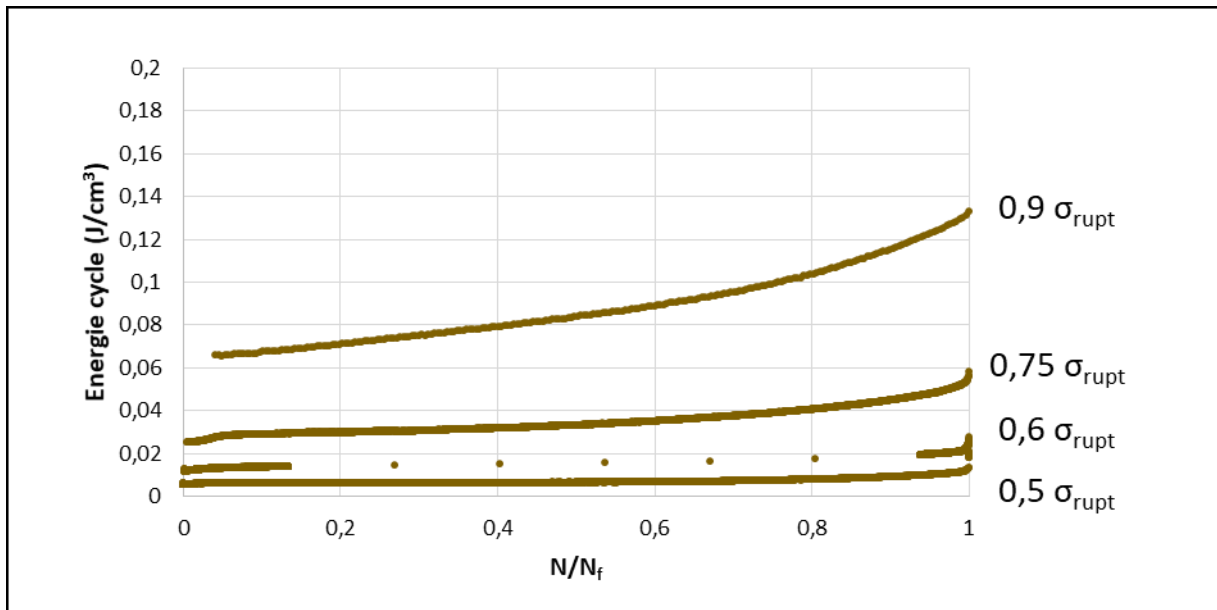


Fig. V.30 : Évolutions des aires des boucles d'hystérésis pendant les essais de fatigue en conditionnement Ambient sur le composite $[(\pm 45)]_7$ traité au peroxyde d'hydrogène, pour chaque niveau de chargement.

V.5.3.2. Analyse des endommagements

Les endommagements ont été enregistrés par émission acoustique pendant tous les essais de fatigue réalisés sur le composite $[(\pm 45)]_7$ traité au peroxyde d'hydrogène. La figure V.31 présente l'évolution du nombre cumulé d'évènements acoustiques pour chaque niveau de contrainte avec ou sans classification de l'endommagement.

Les cinétiques d'endommagement observées pour le composite $[(\pm 45)]_7$ traité (Fig. V.31) sont similaires à celles obtenues pour le composite $[(\pm 45)]_7$ non traité (Fig. IV.18). En particulier, on retrouve le fait que, pour les plus faibles niveaux de contrainte, l'endommagement ne se développe qu'à partir du tiers de la durée de vie de l'éprouvette.

Concernant les différents types d'endommagement, on peut noter une modification du niveau de contrainte menant à la prédominance des endommagements interfaciaux. En effet, pour le composite $[(\pm 45)]_7$ non traité, les endommagements interfaciaux devenaient majoritaires pour le niveau à $0,75\sigma_{rupt}$, ce qui n'est pas le cas pour le composite $[(\pm 45)]_7$ traité, pour lequel ce phénomène apparaît à $0,6\sigma_{rupt}$. De plus, un essai à $0,5\sigma_{rupt}$ sur le composite traité a permis de montrer que l'endommagement matriciel redevient très majoritaire pour ce faible niveau de chargement.

Une analyse des endommagements a ensuite été effectuée par microtomographie sur les éprouvettes $[(\pm 45)]_7$ traitées au peroxyde d'hydrogène après rupture en fatigue (Fig. V.32).

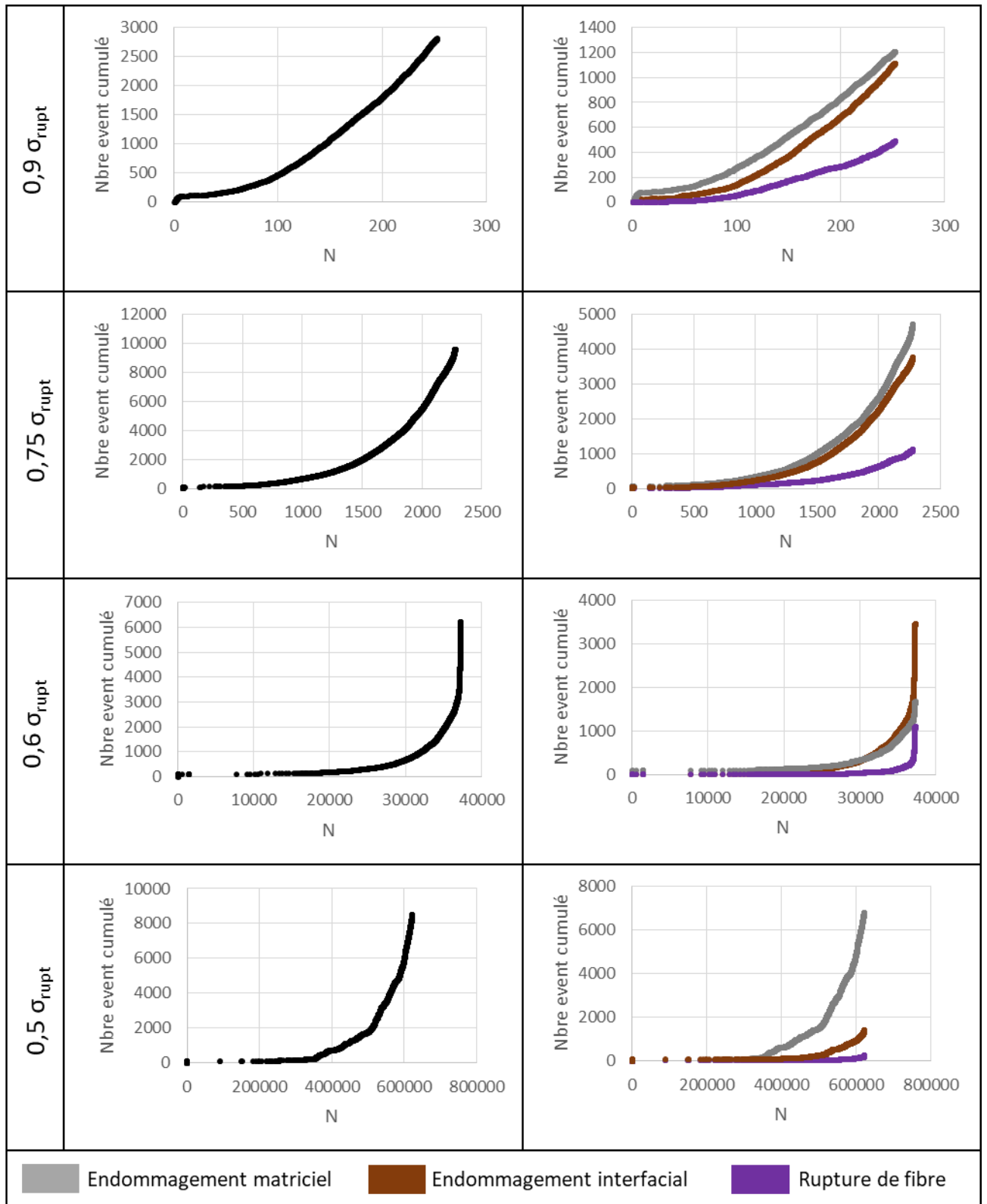


Fig. V.31 : Évolutions du nombre cumulé d'évènements acoustiques enregistrés pendant les essais de fatigue en conditionnement Ambient sur le composite $[(\pm 45)]_7$ traité au peroxyde d'hydrogène, pour chaque niveau de chargement, avec et sans classification de l'endommagement.

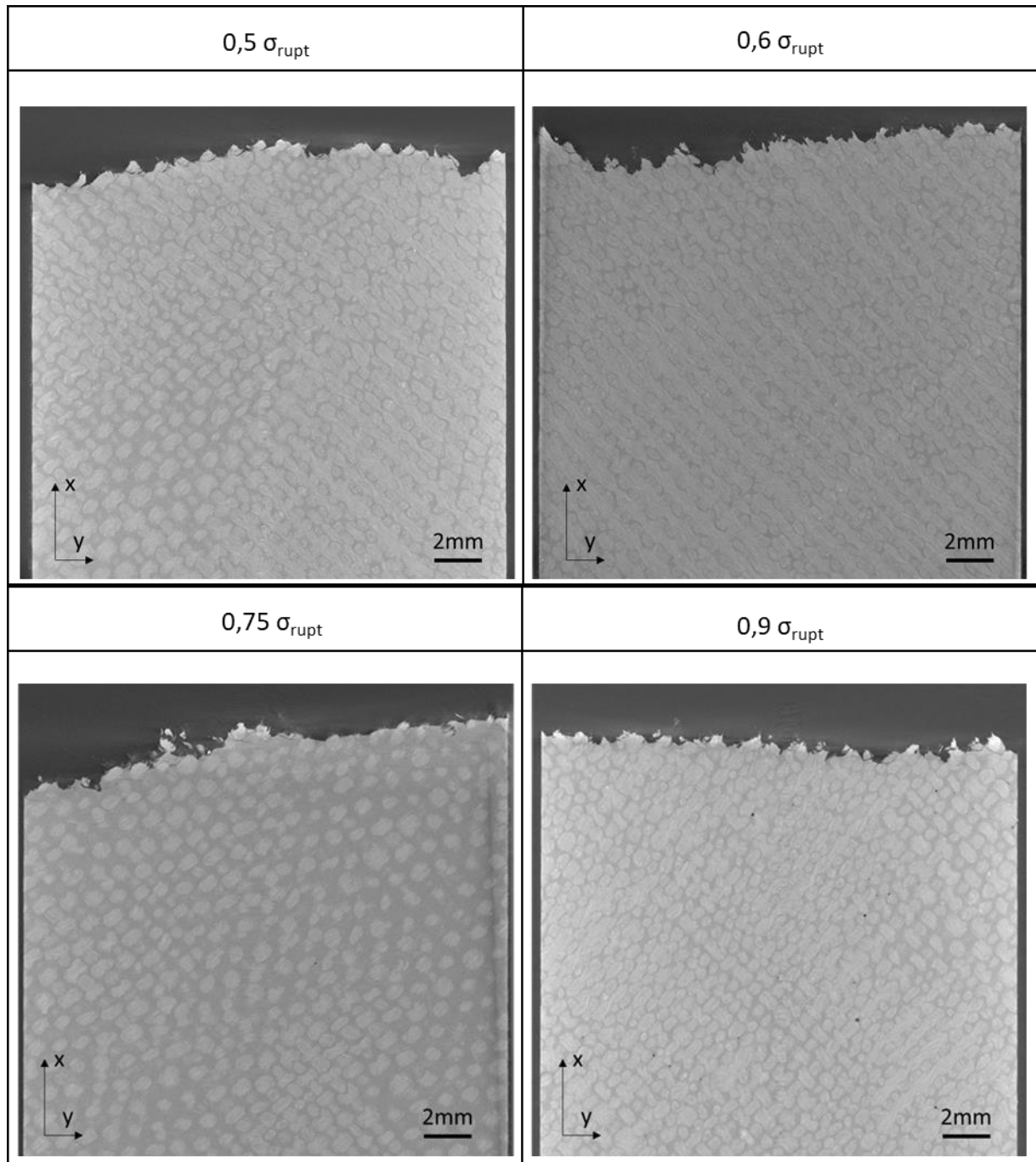


Fig. V.32 : Images par microtomographie en surface des éprouvettes $[(\pm 45)]_7$ traitées au peroxyde d'hydrogène après rupture en fatigue en conditionnement Ambient, pour chaque niveau de contrainte.

On peut voir sur la figure V.32 que le plan de rupture des éprouvettes traitées est préférentiellement orienté perpendiculairement à la direction de traction, ce qui n'était pas le cas pour les éprouvettes ± 45 non traitées (Fig. IV.20). L'observation des microtomographies montre également un endommagement très faible pour tous les niveaux de contrainte, encore plus faible que celui observé en conditionnement Ambient pour les éprouvettes non traitées. Cette très faible

proportion d'endommagement est à relier à la durée de vie plus courte du composite traité et donc à la rupture de l'éprouvette avant le développement de l'endommagement.

Bilan du chapitre V

Différents traitements ont été testés sur des fils de chanvre afin d'améliorer l'adhésion à l'interface dans le composite tissé chanvre/époxy. Les traitements au peroxyde d'hydrogène et par plasma froid se sont révélés les plus prometteurs et ont donc été optimisés.

Le traitement au peroxyde d'hydrogène a été mis en œuvre avec différentes concentrations en H_2O_2 et avec deux types de séchage. Les résultats ont montré que, plus le traitement au peroxyde d'hydrogène est concentré, plus le fil de chanvre est « nettoyé » de ses lignines et pectines. La détermination, via des tests de fragmentation, des contraintes à rupture en cisaillement à l'interface fil/matrice (IFSS) a montré que le traitement à 10% en masse de peroxyde d'hydrogène suivi d'un séchage à 103 °C pendant 24 h permettait d'obtenir la valeur maximale d'IFSS, 1,8 fois plus élevée que celle obtenue avec les éprouvettes non traitées.

Le traitement par plasma a également été testé dans différentes configurations : sous flux d'air ou d'oxygène, pour des puissances de 15 à 25 W durant 5 min. Le traitement le plus homogène et dégradant le moins les caractéristiques mécaniques du fil de chanvre est le traitement sous flux d'air à 15 W. L'homogénéité du traitement a été vérifiée à travers plusieurs essais de spectroscopie infrarouge (FT-IR). Des essais de fragmentation ont été effectués afin de déterminer les valeurs d'IFSS pour le traitement par plasma. L'adhésion à l'interface est trois fois supérieure pour des éprouvettes après traitement par plasma que pour des éprouvettes non traitées.

Un changement d'échelle a ensuite été effectué afin de vérifier le rôle du traitement au peroxyde d'hydrogène sur le comportement du composite tissé chanvre/époxy. L'étude de l'absorption d'eau a montré un coefficient de diffusion de l'eau plus élevé pour le composite traité que pour le non traité. Les caractéristiques mécaniques en traction ont été déterminées pour les deux orientations $[(0/90)]_7$ et $[(\pm 45)]_7$, et suivant les trois conditionnements Ambient, Eau et Séché. Les résultats ont montré un comportement détérioré par rapport à celui des éprouvettes non traitées, contrairement à ce qui était attendu. Des essais de fatigue ont également été menés sur les composites traités en conditionnement Ambient. Là encore, les résultats sont décevants, avec une diminution de la résistance en fatigue pour les composites traités par rapport aux non traités. Il semblerait donc que le changement d'échelle soit une étape cruciale, qui nécessite également d'être optimisée pour pouvoir retrouver le bénéfice du traitement à l'échelle du composite.

Conclusions et perspectives :

Les composites à renfort d'origine végétale constituent une alternative intéressante aux composites à fibres de verre pour des applications semi-structurelles. Afin d'élargir le champ d'application de ces éco-composites, la connaissance de leur comportement en fatigue et celle de l'influence de l'environnement sur leurs propriétés sont deux facteurs déterminants. L'analyse des mécanismes d'endommagement et de déformation associés est également nécessaire pour le dimensionnement des pièces. De plus, optimiser la qualité d'adhésion à l'interface fibre/matrice reste un enjeu crucial pour ces matériaux.

Ce travail de thèse s'est focalisé sur l'évolution des propriétés mécaniques en fatigue d'un composite tissé chanvre/époxy sous différentes conditions d'humidité, ainsi que sur la caractérisation de l'adhésion interfaciale avec ou sans traitement préalable du renfort.

Pour commencer, un suivi d'absorption d'eau a été effectué sur plusieurs éprouvettes. La cinétique d'absorption d'eau de l'éco-composite chanvre/époxy de cette étude suit une loi de Fick 1D et la saturation est atteinte en 90 jours. Quatre conditionnements différents ont été mis en place, Ambient, Eau, RH95, Séché avec chacun leurs conditions de stockage et d'essais mécaniques.

Une étude multi-échelle des conséquences du vieillissement hydrique sur le comportement en traction du composite et de ses constituants a été menée. Tout d'abord, les effets du conditionnement sur le composite tissé chanvre/époxy ont été analysés pour trois orientations : $[(0/90)]_7$, $[(90/0)]_7$ et $[(\pm 45)]_7$. Une baisse significative du module d'Young ainsi qu'une augmentation de la déformation à rupture pour les conditionnements Eau et RH95 ont été observées. En ce qui concerne le conditionnement Séché, les valeurs mesurées se rapprochent des valeurs obtenues en conditionnement Ambient sans toutefois les atteindre. Un suivi in situ des endommagements par émission acoustique et une analyse post-mortem par MEB et microtomographie ont été effectués. La classification des événements acoustiques a été réalisée par la méthode PCA et des k-moyennes. Les résultats montrent que, pour chaque orientation et chaque conditionnement, une majorité des endommagements est matricielle et interfaciale, tandis que l'endommagement par rupture de fibres est minoritaire. Les observations microtomographiques ont permis de mettre en évidence la nature différente des endommagements dans les éprouvettes $[(0/90)]_7$ et $[(\pm 45)]_7$, bien que l'endommagement interfacial en soit la source principale. De plus, le volume d'endommagement est toujours supérieur pour l'orientation $[(\pm 45)]_7$, et l'influence du conditionnement est la même pour les deux orientations avec un volume d'endommagement

minimum pour le conditionnement Ambient, intermédiaire pour le Séché et le plus élevé pour le conditionnement Eau.

L'étude de l'influence du vieillissement hydrique à l'échelle des constituants du composite a ensuite été effectuée. Les mêmes effets que sur le composite tissé ont été retrouvés sur la résine et sur le fil de chanvre en traction, avec une baisse de rigidité et une augmentation de la ductilité après vieillissement hydrique et un regain de rigidité après séchage. Les essais de fragmentation, en vue de déterminer les valeurs d'IFSS, ont mis en évidence une chute de l'adhésion à l'interface après vieillissement hydrique puis séchage par rapport à une éprouvette en conditionnement Ambient.

Des essais de fatigue ont ensuite été réalisés sur le composite tissé chanvre/époxy pour les orientations $[(0/90)]_7$ et $[(\pm 45)]_7$, et les trois conditionnements, Ambient, Eau et Séché. Les courbes de Wöhler ont ainsi pu être déterminées pour chaque configuration. Un modèle phénoménologique à deux paramètres a été utilisé pour modéliser la durée de vie du composite chanvre/époxy pour les deux orientations et les trois conditionnements. La durée de vie est fortement pilotée par l'orientation avec une durée de vie supérieure pour l'orientation $[(0/90)]_7$. Les résultats montrent également une plus faible sensibilité à la fatigue du composite après vieillissement hydrique. Les conditionnements Ambient et Séché mènent à la même sensibilité à la fatigue, avec une durée de vie supérieure pour le conditionnement Ambient. Le suivi des grandeurs mécaniques a permis d'identifier une influence de l'orientation sur les déformations extrémales et les chutes de rigidité, particulièrement marquée pour l'orientation $[(\pm 45)]_7$ et le conditionnement Eau.

L'endommagement en fatigue pour les différents conditionnements et orientations a été étudié à l'aide de deux méthodes complémentaires : le suivi in situ par émission acoustique (EA) et l'analyse post-mortem par microtomographie X. Les cinétiques d'endommagement ainsi que l'énergie acoustique cumulée pour les différents conditionnements, orientations et niveaux de contrainte ont été déterminées par l'analyse des EA. L'analyse microtomographique a permis de visualiser et de quantifier le volume d'endommagement. Pour les deux orientations, l'endommagement est principalement composé de décohésions fil/matrice. Il est néanmoins beaucoup plus développé pour l'orientation $[(\pm 45)]_7$ avec des fissures traversant toute l'épaisseur des éprouvettes. Pour les trois conditionnements, le type d'endommagement est le même, mais beaucoup plus développé en conditionnement Eau qu'en conditionnement Ambient, et intermédiaire en conditionnement Séché. Un effet de bord est également détectable avec un endommagement plus développé sur les bords de l'éprouvette qu'à cœur. Ces résultats ont montré

Conclusions et perspectives :

que l'endommagement par fatigue dans le composite chanvre/époxy est fortement piloté par le conditionnement et que l'interface fil/matrice reste le point faible du composite.

Plusieurs traitements ont donc été testés dans le but d'améliorer l'adhésion à l'interface dans ce composite. Les traitements au peroxyde d'hydrogène et au plasma froid sont ceux qui ont montré la plus grande amélioration de l'IFSS par rapport au composite de référence. Une optimisation de ces traitements a été effectuée pour définir les meilleurs paramètres permettant d'augmenter l'adhésion à l'interface. Les résultats ont permis de sélectionner un traitement au peroxyde d'hydrogène à 10% en masse suivi d'un séchage à 103°C pendant 24 h et un traitement au plasma sous flux d'air à 15 W durant 5 minutes. Un changement d'échelle a ensuite été effectué afin de vérifier le rôle du traitement au peroxyde d'hydrogène sur le comportement du composite tissé chanvre/époxy. Des essais de traction et de fatigue ont été menés sur les composites traités. Les résultats ne sont pas satisfaisants avec une résistance en traction fortement diminuée pour les deux orientations et une durée de vie en fatigue plus faible que pour le composite non traité. Ces derniers résultats montrent l'importance d'étudier plus en profondeur les phénomènes mis en jeu lors du changement d'échelle d'un traitement.

Ces travaux constituent une première base pour la compréhension des phénomènes d'endommagement par fatigue des composites chanvre/époxy selon les conditions hydriques. Il sera intéressant de poursuivre l'analyse en étudiant l'influence de la fatigue hydrique sur le comportement mécanique. Le développement d'un modèle par élément finis capable de prédire le comportement de ce matériau, selon les conditions environnementales, serait également nécessaire pour élargir l'utilisation de cet éco-composite dans l'industrie à des pièces semi-structurelles. D'autre part, la tentative de changement d'échelle pour le traitement au peroxyde d'hydrogène a permis de mettre en lumière la complexité de cette étape. Il faudrait donc envisager de tester d'autres traitements, comme le plasma par exemple, en développant un réacteur adapté au traitement du tissu, afin de réussir à améliorer les propriétés du composite.

Les résultats obtenus en fatigue sur l'éco-composite chanvre/époxy montrent toutefois la bonne résistance du matériau après vieillissement hydrique pour des chargements modérés, et ce malgré un conditionnement sévère (immersion jusqu'à saturation). Il semble donc tout à fait envisageable d'utiliser ces matériaux pour des pièces de carrosserie automobile au vu du faible coût des matières premières. De plus, la faible masse volumique du composite, comparativement au composite verre/époxy, devrait être un argument supplémentaire pour des utilisations dans le sport mécanique où le poids est un facteur clé, et où les durées d'utilisation sont négligeables devant le temps d'immersion conduisant à la saturation du matériau. Enfin, pour toute utilisation courante

Conclusions et perspectives :

extérieure, il est tout à fait envisageable d'ajouter un vernis imperméable sur ce type de matériau, testé brut de coupe dans cette étude. Il pourrait ainsi devenir un produit d'utilisation courante.

Références :

- Abida, M., Gehring, F., Mars, J., Vivet, A., Dammak, F., Haddar, M., 2019. Multiscale determination of the water-swelling coefficient of flax/epoxycomposites and flax yarns, in: 21ème Journées Nationales Sur Les Composites. École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers (ENSAM) - Bordeaux, Bordeaux, Talence, France.
- Ahmad, M.A.A., Abdul Majid, M.S., Ridzuan, M.J.M., Mazlee, M.N., Gibson, A.G., 2018. Dynamic mechanical analysis and effects of moisture on mechanical properties of interwoven hemp/polyethylene terephthalate (PET) hybrid composites. *Construction and Building Materials* 179, 265–276. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.05.227>
- Alia, A., Fantozzi, G., Godin, N., Osmani, H., Reynaud, P., 2019. Caractérisation de l'endommagement d'un composite tissu de jute/polyester par multi-instrumentation. *JNC 21*, Bordeaux, France, 11.
- Asloun, E.L.M., Donnet, J.B., Guilpain, G., Nardin, M., Schultz, J., 1989. On the estimation of the tensile strength of carbon fibres at short lengths. *Journal of materials science* . 24(10):3504-3510 24, 7.
- Assarar, M., Scida, D., El Mahi, A., Poilâne, C., Ayad, R., 2011. Influence of water ageing on mechanical properties and damage events of two reinforced composite materials: Flax–fibres and glass–fibres. *Materials & Design* 32, 788–795. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2010.07.024>
- Assarar, M., Scida, D., Zouari, W., Saidane, E.H., Ayad, R., 2016. Acoustic emission characterization of damage in short hemp–fiber-reinforced polypropylene composites. *Polym. Compos.* 37, 1101–1112. <https://doi.org/10.1002/pc.23272>
- Awal, A., Cescutti, G., Ghosh, S.B., Müssig, J., 2011. Interfacial studies of natural fibre/polypropylene composites using single fibre fragmentation test (SFFT). *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 42, 50–56. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2010.10.007>
- Axson, 2018. EPOLAM 2020 RESINE (A)-V48-FR.pdf.
- Beckermann, G.W., Pickering, K.L., 2008. Engineering and evaluation of hemp fibre reinforced polypropylene composites: Fibre treatment and matrix modification. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 39, 979–988. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2008.03.010>
- Ben Ameer, M., El Mahi, A., Rebiere, J.-L., Gimenez, I., Beyaoui, M., Abdennadher, M., Haddar, M., 2019. Investigation and identification of damage mechanisms of unidirectional carbon/flax hybrid composites using acoustic emission. *Engineering Fracture Mechanics* 216, 106511. <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2019.106511>
- Bensadoun, F., Vallons, K.A.M., Lessard, L.B., Verpoest, I., Van Vuure, A.W., 2016. Fatigue behaviour assessment of flax–epoxy composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 82, 253–266. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.11.003>
- Bergeret, A., Krawczak, P., 2006. Liaison renfort/matrice - Définition et caractérisation. *Techniques de l'ingénieur* 27.
- Berges, M., Léger, R., Placet, V., Person, V., Corn, S., Gabrion, X., Rousseau, J., Ramasso, E., Ienny, P., Fontaine, S., 2016. Influence of moisture uptake on the static, cyclic and dynamic behaviour of unidirectional flax fibre-reinforced epoxy laminates. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 88, 165–177. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2016.05.029>
- Bergmann, H.W., Prinz, R., 1989. Fatigue life estimation of graphite/epoxy laminates under consideration of delamination growth. *Int. J. Numer. Meth. Engng.* 27, 323–341. <https://doi.org/10.1002/nme.1620270208>

Références :

- Bonnafeous, C., 2011. Analyse multi échelle des mécanismes d'endommagement de composites chanvre/époxy à renforts tissés. Caractérisation de l'interface fibre/matrice. Thèse de Doctorat, ENSMA, Poitiers, FRANCE.
- Bonnafeous, C., Touchard, F., Chocinski-Arnault, L., 2010. Multi scale analysis by acoustic emission of damage mechanisms in natural fibre woven fabrics/epoxy composites. EPJ Web of Conferences 6, 20009. <https://doi.org/10.1051/epjconf/20100620009>
- Caprino, G., D'Amore, A., 1998. Flexural fatigue behaviour of random continuous-fibre-reinforced thermoplastic composites. Composites Science and Technology 58, 957–965. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(97\)00221-2](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(97)00221-2)
- Caprino, G., Giorleo, G., 1999. Fatigue lifetime of glass fabric/epoxy composites. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 30, 299–304. [https://doi.org/10.1016/S1359-835X\(98\)00124-9](https://doi.org/10.1016/S1359-835X(98)00124-9)
- Castegnaro, S., Gomiero, C., Battisti, C., Poli, M., Basile, M., Barucco, P., Pizzarello, U., Quaresimin, M., Lazzaretto, A., 2017. A bio-composite racing sailboat: Materials selection, design, manufacturing and sailing. Ocean Engineering 133C, 142–150. <https://doi.org/10.1016/j.oceaneng.2017.01.017>
- Céline, A., Gonçalves, O., Jacquemin, F., Fréour, S., 2014. Qualitative and quantitative assessment of water sorption in natural fibres using ATR-FTIR spectroscopy. Carbohydrate Polymers 101, 163–170. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.09.023>
- Cheung, H., Ho, M., Lau, K., Cardona, F., Hui, D., 2009. Natural fibre-reinforced composites for bioengineering and environmental engineering applications. Composites Part B: Engineering 40, 655–663. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2009.04.014>
- Colombo, C., Vergani, L., 2011. Multi-axial fatigue life estimation of unidirectional GFRP composite. International Journal of Fatigue 33, 1032–1039. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2011.01.001>
- Daggumati, S., De Baere, I., Van Paepegem, W., Degrieck, J., Xu, J., Lomov, S.V., Verpoest, I., 2010. Local damage in a 5-harness satin weave composite under static tension: Part I – Experimental analysis. Composites Science and Technology 70, 1926–1933. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2010.07.003>
- D'Amore, A., Caprino, G., Stupak, P., Zhou, J., Nicolais, L., 1996. Effect of Stress Ratio on the Flexural Fatigue Behaviour of Continuous Strand Mat Reinforced Plastics. Science and Engineering of Composite Materials 5, 1–8. <https://doi.org/10.1515/SECM.1996.5.1.1>
- Dayo, A.Q., Babar, A.A., Qin, Q., Kiran, S., Wang, J., Shah, A.H., Zegaoui, A., Ghouti, H.A., Liu, W., 2020. Effects of accelerated weathering on the mechanical properties of hemp fibre/polybenzoxazine based green composites. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 128, 105653. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2019.105653>
- de Miguel, A.G., Pagani, A., Carrera, E., 2019. Free-edge stress fields in generic laminated composites via higher-order kinematics. Composites Part B: Engineering 168, 375–386. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.03.047>
- de Vasconcellos, D.S., Touchard, F., Chocinski-Arnault, L., 2014. Tension–tension fatigue behaviour of woven hemp fibre reinforced epoxy composite: A multi-instrumented damage analysis. International Journal of Fatigue 59, 159–169. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2013.08.029>
- Degrieck, J., Van Paepegem, W., 2001. Fatigue damage modeling of fibre-reinforced composite materials: Review. Applied Mechanics Reviews 54, 279–300. <https://doi.org/10.1115/1.1381395>
- Di Giuseppe, E., Castellani, R., Dobosz, S., Malvestio, J., Berzin, F., Beaugrand, J., Delisée, C., Vergnes, B., Budtova, T., 2016. Reliability evaluation of automated analysis, 2D scanner, and micro-tomography methods for measuring fiber dimensions in polymer-lignocellulosic fiber composites. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 90, 320–329. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2016.07.020>

Références :

- Dicker, M.P.M., Duckworth, P.F., Baker, A.B., Francois, G., Hazzard, M.K., Weaver, P.M., 2014. Green composites: A review of material attributes and complementary applications. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 56, 280–289. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2013.10.014>
- Dittenber, D.B., GangaRao, H.V.S., 2012. Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 43, 1419–1429. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2011.11.019>
- El Mahi, A., Daoud, H., Rebiere, J.-L., Gimenez, I., Taktak, M., Haddar, M., 2019. Damage mechanisms characterization of flax fibers–reinforced composites with interleaved natural viscoelastic layer using acoustic emission analysis. *Journal of Composite Materials* 53, 2623–2637. <https://doi.org/10.1177/0021998319836236>
- El Sawi, I., Fawaz, Z., Zitoune, R., Bougherara, H., 2014. An investigation of the damage mechanisms and fatigue life diagrams of flax fiber-reinforced polymer laminates. *J Mater Sci* 49, 2338–2346. <https://doi.org/10.1007/s10853-013-7934-0>
- Enciso, B., Abenojar, J., Paz, E., Martínez, M.A., 2018. Influence of Low Pressure Plasma Treatment on the Durability of Thermoplastic Composites LDPE-flax/coconut under Thermal and Humidity Conditions. *Fibers and Polymers* 19, 1327–1334. <https://doi.org/10.1007/s12221-018-1086-4>
- Epaarachchi, J.A., Clausen, P.D., 2003. An empirical model for fatigue behavior prediction of glass fibre-reinforced plastic composites for various stress ratios and test frequencies. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 34, 313–326. [https://doi.org/10.1016/S1359-835X\(03\)00052-6](https://doi.org/10.1016/S1359-835X(03)00052-6)
- Etaati, A., Wang, H., Pather, S., Yan, Z., Abdanan Mehdizadeh, S., 2013. 3D X-ray microtomography study on fibre breakage in noil hemp fibre reinforced polypropylene composites. *Composites Part B: Engineering* 50, 239–246. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2013.02.029>
- Faruk, O., Bledzki, A.K., Fink, H.-P., Sain, M., 2012. Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010. *Progress in Polymer Science* 37, 1552–1596. <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2012.04.003>
- Ferreira, F.V., Trindade, G.N., Lona, L.M.F., Bernardes, J.S., Gouveia, R.F., 2019. LDPE-based composites reinforced with surface modified cellulose fibres: 3D morphological and morphometrical analyses to understand the improved mechanical performance. *European Polymer Journal* 117, 105–113. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2019.05.005>
- Fogorasi, M., Barbu, I., 2017. The potential of natural fibres for automotive sector - *review*. *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* 252, 012044. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/252/1/012044>
- Fujii, T., Amijima, S., Okubo, K., 1993. Microscopic fatigue processes in a plain-weave glass-fibre composite. *Composites Science and Technology* 49, 327–333. [https://doi.org/10.1016/0266-3538\(93\)90063-M](https://doi.org/10.1016/0266-3538(93)90063-M)
- Gassan, J., 2002. A study of fibre and interface parameters affecting the fatigue behaviour of natural fibre composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 6.
- Georgiopoulos, P., Christopoulos, A., Koutsoumpis, S., Kontou, E., 2016. The effect of surface treatment on the performance of flax/biodegradable composites. *Composites Part B: Engineering* 106, 88–98. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.09.027>
- Godin, N., Reynaud, P., Fantozzi, G., 2018a. Challenges and Limitations in the Identification of Acoustic Emission Signature of Damage Mechanisms in Composites Materials. *Applied Sciences* 8, 1267. <https://doi.org/10.3390/app8081267>
- Godin, N., Reynaud, P., Fantozzi, G., 2018b. Challenges and Limitations in the Identification of Acoustic Emission Signature of Damage Mechanisms in Composites Materials. *Applied Sciences* 8, 1267. <https://doi.org/10.3390/app8081267>

Références :

- Guessasma, S., Belhabib, S., Nouri, H., 2019. Understanding the microstructural role of bio-sourced 3D printed structures on the tensile performance. *Polymer Testing* 77, 105924. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2019.105924>
- Guillebaud-Bonnafeuf, C., Vasconcellos, D., Touchard, F., Chocinski-Arnault, L., 2012. Experimental and numerical investigation of the interface between epoxy matrix and hemp yarn. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 43, 2046–2058. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2012.07.015>
- Haggi, M., El Mahi, A., Jendli, Z., Akrou, A., Haddar, M., 2019. Static and fatigue characterization of flax fiber reinforced thermoplastic composites by acoustic emission. *Applied Acoustics* 147, 100–110. <https://doi.org/10.1016/j.apacoust.2018.03.011>
- Huang, J., Pastor, M.L., Garnier, C., Gong, X.J., 2019. A new model for fatigue life prediction based on infrared thermography and degradation process for CFRP composite laminates. *International Journal of Fatigue* 120, 87–95. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2018.11.002>
- Huber, T., Pang, S., Staiger, M.P., 2012. All-cellulose composite laminates. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 43, 1738–1745. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2012.04.017>
- Hwang, W., Han, K.S., 1986. Cumulative Damage Models and Multi-Stress Fatigue Life Prediction. *Journal of Composite Materials* 20, 125–153. <https://doi.org/10.1177/002199838602000202>
- Jacob, M., Joseph, S., Pothan, L.A., Thomas, S., 2005. A study of advances in characterization of interfaces and fiber surfaces in lignocellulosic fiber-reinforced composites. *Composite Interfaces* 12, 95–124. <https://doi.org/10.1163/1568554053542115>
- Jani, S.P., Kumar, A.S., Khan, M.A., Sajith, S., Saravanan, A., 2019a. Influence of Natural Filler on Mechanical Properties of Hemp/Kevlar Hybrid Green Composite and Analysis of Change in Material Behavior Using Acoustic Emission. *Journal of Natural Fibers* 1–12. <https://doi.org/10.1080/15440478.2019.1692321>
- Jani, S.P., Kumar, A.S., Khan, M.A., Sajith, S., Saravanan, A., 2019b. Influence of Natural Filler on Mechanical Properties of Hemp/Kevlar Hybrid Green Composite and Analysis of Change in Material Behavior Using Acoustic Emission. *Journal of Natural Fibers* 1–12. <https://doi.org/10.1080/15440478.2019.1692321>
- Jeannin, T., Berges, M., Gabrion, X., Léger, R., Person, V., Corn, S., Piezel, B., Jenny, P., Fontaine, S., Placet, V., 2019. Influence of hydrothermal ageing on the fatigue behaviour of a unidirectional flax-epoxy laminate. *Composites Part B: Engineering* 174, 107056. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.107056>
- Jiang, X., Kolstein, H., Bijlaard, F.S.K., 2013. Moisture diffusion in glass-fiber-reinforced polymer composite bridge under hot/wet environment. *Composites Part B: Engineering* 45, 407–416. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2012.04.067>
- Joffe, R., Andersons, J., Wallström, L., 2005. Interfacial shear strength of flax fiber/thermoset polymers estimated by fiber fragmentation tests. *J Mater Sci* 40, 2721–2722. <https://doi.org/10.1007/s10853-005-2115-4>
- Kabir, M.M., Wang, H., Lau, K.T., Cardona, F., 2012. Chemical treatments on plant-based natural fibre reinforced polymer composites: An overview. *Composites Part B: Engineering* 43, 2883–2892. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2012.04.053>
- Karaouni, H., 2001. Nouveaux outils pour la conception fiable des structures. Thèse de Doctorat, Ecole Polytechnique, FRANCE.
- Kelly, A., Tyson, W.R., 1965. Tensile properties of fibre-reinforced metals: Copper/tungsten and copper/molybdenum. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 13, 329–350. [https://doi.org/10.1016/0022-5096\(65\)90035-9](https://doi.org/10.1016/0022-5096(65)90035-9)
- K-moyennes, 2019. . Wikipédia.

Références :

- Koronis, G., Silva, A., Fontul, M., 2013. Green composites: A review of adequate materials for automotive applications. *Composites Part B: Engineering* 44, 120–127. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2012.07.004>
- La Mantia, F.P., Morreale, M., 2011. Green composites: A brief review. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 42, 579–588. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2011.01.017>
- Latif, R., Wakeel, S., Zaman Khan, N., Noor Siddiquee, A., Lal Verma, S., Akhtar Khan, Z., 2019. Surface treatments of plant fibers and their effects on mechanical properties of fiber-reinforced composites: A review. *Journal of Reinforced Plastics and Composites* 38, 15–30. <https://doi.org/10.1177/0731684418802022>
- Le conseil du Parlement Européen, 2019. Conseil Européen [WWW Document]. URL <https://data.consilium.europa.eu/doc/document/PE-6-2019-INIT/fr/pdf> (accessed 5.7.20).
- Leblanc, Y., 2008. Lotus Eco Elise Sportive bio...dégradable [WWW Document]. *L'Automobile Magazine*. URL <https://www.automobile-magazine.fr/toute-l-actualite/article/7217-actualites-lotus-lotus-eco-elise> (accessed 5.7.20).
- Lecomte-Grosbras, P., Paluch, B., Brieu, M., 2013. Characterization of free edge effects: influence of mechanical properties, microstructure and structure effects. *Journal of Composite Materials* 47, 2823–2834. <https://doi.org/10.1177/0021998312458817>
- Li, L., Lomov, S.V., Yan, X., Carvelli, V., 2014a. Cluster analysis of acoustic emission signals for 2D and 3D woven glass/epoxy composites. *Composite Structures* 116, 286–299. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2014.05.023>
- Li, L., Lomov, S.V., Yan, X., Carvelli, V., 2014b. Cluster analysis of acoustic emission signals for 2D and 3D woven glass/epoxy composites. *Composite Structures* 116, 286–299. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2014.05.023>
- Li, L., Swolfs, Y., Straumit, I., Yan, X., Lomov, S.V., 2016a. Cluster analysis of acoustic emission signals for 2D and 3D woven carbon fiber/epoxy composites. *Journal of Composite Materials* 50, 1921–1935. <https://doi.org/10.1177/0021998315597742>
- Li, L., Swolfs, Y., Straumit, I., Yan, X., Lomov, S.V., 2016b. Cluster analysis of acoustic emission signals for 2D and 3D woven carbon fiber/epoxy composites. *Journal of Composite Materials* 50, 1921–1935. <https://doi.org/10.1177/0021998315597742>
- Li, M., Liu, H., Gu, Y., Li, Y., Zhang, Z., 2014. Effects of carbon fiber surface characteristics on interfacial bonding of epoxy resin composite subjected to hygrothermal treatments. *Applied Surface Science* 288, 666–672. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2013.10.093>
- Liang, S., Gning, P.-B., Guillaumat, L., 2014. Properties evolution of flax/epoxy composites under fatigue loading. *International Journal of Fatigue* 63, 36–45. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2014.01.003>
- Liang, S., Gning, P.B., Guillaumat, L., 2012. A comparative study of fatigue behaviour of flax/epoxy and glass/epoxy composites. *Composites Science and Technology* 72, 535–543. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2012.01.011>
- Liu, M., Silva, D.A.S., Fernando, D., Meyer, A.S., Madsen, B., Daniel, G., Thygesen, A., 2016. Controlled retting of hemp fibres: Effect of hydrothermal pre-treatment and enzymatic retting on the mechanical properties of unidirectional hemp/epoxy composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 88, 253–262. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2016.06.003>
- Liu, M., Thygesen, A., Summerscales, J., Meyer, A.S., 2017. Targeted pre-treatment of hemp bast fibres for optimal performance in biocomposite materials: A review. *Industrial Crops and Products* 108, 660–683. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2017.07.027>
- Malpot, A., Touchard, F., Bergamo, S., 2016. Influence of moisture on the fatigue behaviour of a woven thermoplastic composite used for automotive application. *Materials & Design* 98, 12–19. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.02.123>

Références :

- Manaia, J.P., Manaia, A.T., Rodrigues, L., 2019. Industrial Hemp Fibers: An Overview. *Fibers* 7, 106. <https://doi.org/10.3390/fib7120106>
- Marec, A., Thomas, J.-H., El Guerjouma, R., 2008. Damage characterization of polymer-based composite materials: Multivariable analysis and wavelet transform for clustering acoustic emission data. *Mechanical Systems and Signal Processing* 22, 1441–1464. <https://doi.org/10.1016/j.ymssp.2007.11.029>
- Maslinda, A.B., Abdul Majid, M.S., Ridzuan, M.J.M., Afendi, M., Gibson, A.G., 2017. Effect of water absorption on the mechanical properties of hybrid interwoven cellulosic-cellulosic fibre reinforced epoxy composites. *Composite Structures* 167, 227–237. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2017.02.023>
- Misonon, M.I., Islam, M.M., Epaarachchi, J.A., Affandi, N.D.N., Wang, H., 2018. Water exposure, tensile and fatigue properties of treated hemp reinforced vinyl ester composites. Presented at the DISRUPTIVE INNOVATION IN MECHANICAL ENGINEERING FOR INDUSTRY COMPETITIVENESS: Proceedings of the 3rd International Conference on Mechanical Engineering (ICOME 2017), Surabaya, Indonesia, p. 030006. <https://doi.org/10.1063/1.5047164>
- Mohit, H., Arul Mozhi Selvan, V., 2018. A comprehensive review on surface modification, structure interface and bonding mechanism of plant cellulose fiber reinforced polymer based composites. *Composite Interfaces* 25, 629–667. <https://doi.org/10.1080/09276440.2018.1444832>
- Muñoz, E., García-Manrique, J.A., 2015. Water Absorption Behaviour and Its Effect on the Mechanical Properties of Flax Fibre Reinforced Bioepoxy Composites. *International Journal of Polymer Science* 2015, 1–10. <https://doi.org/10.1155/2015/390275>
- Noisillier, A., 2018. Un shapeur breton fait des planches de surf en cannabis [WWW Document]. *The Rider Post*. URL <https://www.theriderpost.com/disciplines/water/surf/shapeur-breton-planches-surf-cannabis/> (accessed 5.7.20).
- Ohsawa, T., Nakayama, A., Miwa, M., Hasegawa, A., 1978. Temperature dependence of critical fiber length for glass fiber-reinforced thermosetting resins. *J. Appl. Polym. Sci.* 22, 3203–3212. <https://doi.org/10.1002/app.1978.070221115>
- Ouillon, L., Fourné, E., 2019. Elaboration et optimisation d'un réacteur plasma non thermique à pression atmosphérique pour la fonctionnalisation de fibre de chanvre : Rapport IC2MP_ Université de Poitiers..
- Oushabi, A., 2019. The pull-out behavior of chemically treated lignocellulosic fibers/polymeric matrix interface (LF/PM): A review. *Composites Part B: Engineering* 174, 107059. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.107059>
- Pandita, S.D., Huysmans, G., Wevers, M., Verpoest, I., 2001. Tensile fatigue behaviour of glass plain-weave fabric composites in on- and off-axis directions. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 32, 1533–1539. [https://doi.org/10.1016/S1359-835X\(01\)00053-7](https://doi.org/10.1016/S1359-835X(01)00053-7)
- Périphériques de vide [WWW Document], n.d. URL <https://www.quai-west-composites.fr/fr/nos-metiers/stratification-vide.html> (accessed 4.16.20).
- Perrier, A., 2016. Influence du vieillissement hydrique sur le comportement mécanique de l'interface fil/matrice dans les composites chanvre/époxy (thesis). <http://www.theses.fr>. Chasseneuil-du-Poitou, Ecole nationale supérieure de mécanique et d'aérotechnique.
- Perrier, A., Touchard, F., Chocinski-Arnault, L., Mellier, D., 2017a. Quantitative analysis by micro-CT of damage during tensile test in a woven hemp/epoxy composite after water ageing. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 102, 18–27. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2017.07.018>
- Perrier, A., Touchard, F., Chocinski-Arnault, L., Mellier, D., 2017b. Influence of water on damage and mechanical behaviour of single hemp yarn composites. *Polymer Testing* 57, 17–25. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2016.10.035>

Références :

- Philippidis, T.P., Assimakopoulou, T.T., 2008a. Strength degradation due to fatigue-induced matrix cracking in FRP composites: An acoustic emission predictive model. *Composites Science and Technology* 68, 3272–3277. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2008.08.020>
- Philippidis, T.P., Assimakopoulou, T.T., 2008b. Using acoustic emission to assess shear strength degradation in FRP composites due to constant and variable amplitude fatigue loading. *Composites Science and Technology* 68, 840–847. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2007.08.012>
- Pickering, K.L., Efendy, M.G.A., Le, T.M., 2016. A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 83, 98–112. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.08.038>
- Preveraud, J.-F., 2014. La voiture bio-sourcée a... 73 ans. *Industrie & Technologies* <https://www.industrie-techno.com/article/la-voiture-bio-sourcee-a-73-ans.33285> (accessed 15/04/2020).
- Qian, H., Bismarck, A., Greenhalgh, E.S., Shaffer, M.S.P., 2010. Carbon nanotube grafted carbon fibres: A study of wetting and fibre fragmentation. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 41, 1107–1114. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2010.04.004>
- Rahman Khan, Md.M., Chen, Y., Belsham, T., Laguë, C., Landry, H., Peng, Q., Zhong, W., 2011. Fineness and tensile properties of hemp (*Cannabis sativa* L.) fibres. *Biosystems Engineering* 108, 9–17. <https://doi.org/10.1016/j.biosystemseng.2010.10.004>
- Ramesh, M., 2019. Flax (*Linum usitatissimum* L.) fibre reinforced polymer composite materials: A review on preparation, properties and prospects. *Progress in Materials Science* 102, 109–166. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2018.12.004>
- Ramirez, F.A., Carlsson, L.A., Acha, B.A., 2008. Evaluation of water degradation of vinylester and epoxy matrix composites by single fiber and composite tests. *J Mater Sci* 43, 5230–5242. <https://doi.org/10.1007/s10853-008-2766-z>
- Rask, M., Madsen, B., Sørensen, B.F., Fife, J.L., Martyniuk, K., Lauridsen, E.M., 2012. In situ observations of microscale damage evolution in unidirectional natural fibre composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 43, 1639–1649. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2012.02.007>
- Satapathy, M.R., Vinayak, B.G., Jayaprakash, K., Naik, N.K., 2013. Fatigue behavior of laminated composites with a circular hole under in-plane multiaxial loading. *Materials & Design* 51, 347–356. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.04.040>
- Sauvola, J., Seppanen, T., Haapakoski, S., Pietikainen, M., 1997. Adaptive document binarization, in: *Proceedings of the Fourth International Conference on Document Analysis and Recognition*. pp. 147–152 vol.1. <https://doi.org/10.1109/ICDAR.1997.619831>
- Scarponi, C., 2011. Industrial applications for natural fibre-reinforced composites [WWW Document]. JEC Group. URL <http://www.jecomposites.com/knowledge/international-composites-news/industrial-applications-naturalfibre-reinforced-composites> (accessed 3.19.20).
- Seghini, M.C., 2020. Mechanical analysis and fibre/matrix interface optimization for next generation of basalt-plant fibre hybrid composites. Thèse en cotutelle ENSMA, France-La Sapienza, Italie.
- Seghini, M.C., Touchard, F., Sarasini, F., Cech, V., Chocinski-Arnault, L., Mellier, D., Tirillò, J., Bracciale, M.P., Zvonek, M., 2019. Engineering the interfacial adhesion in basalt/epoxy composites by plasma polymerization. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 122, 67–76. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2019.04.013>
- Seghini, M.C., Touchard, F., Sarasini, F., Chocinski-Arnault, L., Mellier, D., Tirillò, J., 2018a. Interfacial adhesion assessment in flax/epoxy and in flax/vinylester composites by single yarn fragmentation test: Correlation with micro-CT analysis. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 113, 66–75. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2018.07.015>

- Seghini, M.C., Touchard, F., Sarasini, F., Chocinski-Arnault, L., Mellier, D., Tirillò, J., 2018b. Interfacial adhesion assessment in flax/epoxy and in flax/vinylester composites by single yarn fragmentation test: Correlation with micro-CT analysis. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 113, 66–75. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2018.07.015>
- Seghini, M.C., Touchard, F., Sarasini, F., Chocinski-Arnault, L., Tirillò, J., Bracciale, M.P., Zvonek, M., Cech, V., 2020. Effects of oxygen and tetravinylsilane plasma treatments on mechanical and interfacial properties of flax yarns in thermoset matrix composites. *Cellulose* 27, 511–530. <https://doi.org/10.1007/s10570-019-02785-3>
- Shah, D.U., 2013. Developing plant fibre composites for structural applications by optimising composite parameters: a critical review. *J Mater Sci* 48, 6083–6107. <https://doi.org/10.1007/s10853-013-7458-7>
- Shah, D.U., Schubel, P.J., Clifford, M.J., Licence, P., 2013. Fatigue life evaluation of aligned plant fibre composites through S–N curves and constant-life diagrams. *Composites Science and Technology* 74, 139–149. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2012.10.015>
- Shahzad, A., 2012a. Hemp fiber and its composites – a review. *Journal of Composite Materials* 46, 973–986. <https://doi.org/10.1177/0021998311413623>
- Shahzad, A., 2012b. Effects of water absorption on mechanical properties of hemp fiber composites. *Polym Compos* 33, 120–128. <https://doi.org/10.1002/pc.21254>
- Shahzad, A., Isaac, D.H., 2014. Fatigue properties of hemp and glass fiber composites. *Polym. Compos.* 35, 1926–1934. <https://doi.org/10.1002/pc.22851>
- Shen, C.-H., Springer, G.S., 1976. Moisture Absorption and Desorption of Composite Materials. *Journal of Composite Materials* 10, 2–20. <https://doi.org/10.1177/002199837601000101>
- Siengchin, S., Dangtungee, R., 2013. Effect of woven flax structures on morphology and properties of reinforced modified polylactide composites. *Journal of Thermoplastic Composite Materials* 26, 1424–1440. <https://doi.org/10.1177/0892705712475005>
- Sodoke, F.K., Toubal, L., Laperrière, L., 2016. Hygrothermal effects on fatigue behavior of quasi-isotropic flax/epoxy composites using principal component analysis. *J Mater Sci* 51, 10793–10805. <https://doi.org/10.1007/s10853-016-0291-z>
- Toubal, L., Cuillière, J.-C., Bensalem, K., Francois, V., Gning, P.-B., 2016. Hygrothermal effect on moisture kinetics and mechanical properties of hemp/polypropylene composite: Experimental and numerical studies. *Polym. Compos.* 37, 2342–2352. <https://doi.org/10.1002/pc.23414>
- Towo, A.N., Ansell, M.P., 2008a. Fatigue evaluation and dynamic mechanical thermal analysis of sisal fibre–thermosetting resin composites. *Composites Science and Technology* 68, 925–932. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2007.08.022>
- Towo, A.N., Ansell, M.P., 2008b. Fatigue of sisal fibre reinforced composites: Constant-life diagrams and hysteresis loop capture. *Composites Science and Technology* 68, 915–924. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2007.08.021>
- Van Paepegem, W., 2002. A new coupled approach of residual stiffness and strength for fatigue of fibre-reinforced composites. *International Journal of Fatigue* 24, 747–762. [https://doi.org/10.1016/S0142-1123\(01\)00194-3](https://doi.org/10.1016/S0142-1123(01)00194-3)
- Van Paepegem, W., Degrieck, J., Baets, P.D., 2001. Finite element approach for modelling fatigue damage in fibre-reinforced composite materials. *Composites Part B: Engineering* 575–588.
- Vasconcellos, D.S.D., 2013. Comportement en fatigue avant et après impact de composites tissés chanvre/époxy.
- Ventura, H., Claramunt, J., Navarro, A., Rodriguez-Perez, M., Ardanuy, M., 2016. Effects of Wet/Dry-Cycling and Plasma Treatments on the Properties of Flax Nonwovens Intended for Composite Reinforcing. *Materials* 9, 93. <https://doi.org/10.3390/ma9020093>
- Ventura, H., Claramunt, J., Rodríguez-Pérez, M.A., Ardanuy, M., 2017. Effects of hydrothermal aging on the water uptake and tensile properties of PHB/flax fabric biocomposites.

Références :

- Polymer Degradation and Stability 142, 129–138.
<https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2017.06.003>
- Wambua, P., Ivens, J., Verpoest, I., 2003. Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics? Composites Science and Technology 63, 1259–1264.
[https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(03\)00096-4](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(03)00096-4)
- Whitworth, H.A., 1987. Modeling Stiffness Reduction of Graphite/Epoxy Composite Laminates. Journal of Composite Materials 21, 362–372.
<https://doi.org/10.1177/002199838702100405>
- Witten E, 2019. European GRP market: the growth trend continued in 2018, in: Overview of the global composite market, JEC Composites magazine. Paris, pp. 20–24.
- Zafeiropoulos, N.E., 2007. On the use of single fibre composites testing to characterise the interface in natural fibre composites. Composite Interfaces 14, 807–820.
<https://doi.org/10.1163/156855407782106438>
- Zafeiropoulos, N.E., Baillie, C.A., 2007. A study of the effect of surface treatments on the tensile strength of flax fibres: Part II. Application of Weibull statistics. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 38, 629–638.
<https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2006.02.005>
- Zakaria, K.A., Jimit, R.H., Ali, M.B., 2016. Study on fatigue life and fracture behaviour of fibreglass reinforced composites. J. MECH. ENG. SCI. 10, 2300–2310.
<https://doi.org/10.15282/jmes.10.3.2016.8.0214>
- Zhandarov, S., 2005. Characterization of fiber/matrix interface strength: applicability of different tests, approaches and parameters. Composites Science and Technology 65, 149–160.
<https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2004.07.003>
- Zhou, Y., Fan, M., Chen, L., 2016. Interface and bonding mechanisms of plant fibre composites: An overview. Composites Part B: Engineering 101, 31–45.
<https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.06.055>

FATIGUE BEHAVIOUR AND INTERFACIAL OPTIMISATION OF A WOVEN HEMP/EPOXY COMPOSITE: MOISTURE EFFECT

Plant fibre composites are an environmentally friendly alternative to traditional composite materials such as fibreglass composites. However, plant fibres are highly hydrophilic in comparison with the polymer matrix. It is therefore necessary to study the influence of moisture on the mechanical behaviour of these eco-materials.

In this work, three conditionings were applied. “Ambient” samples were stored and tested in ambient environment. “Wet” samples were immersed in water until saturation and tested in a climatic chamber at RH97. The objective of the “Wet/Dry” conditioning was to study the role of desorption on the mechanical properties of the composite. Woven hemp/epoxy composite samples with two orientations, [(0/90)]₇ and [(± 45)]₇, were tested in tension and fatigue according to the three conditionings. In situ analyses by acoustic emission and post-mortem analyses by SEM and micro-CT were carried out.

Fatigue tests allowed to determine the Wöhler curves for the two orientations and the three conditionings. A phenomenological model was used to simulate the fatigue life of the composite in all configurations. The comparisons showed that the Wet samples exhibit a lower tensile strength than the Ambient specimens and a lower fatigue sensitivity, while the behaviour of the Wet/dry samples is similar to the Wet conditioning one concerning the tensile strength and similar to the Ambient one concerning the fatigue sensitivity. The classification of acoustic events allowed the identification of three clusters, each cluster corresponding to a type of damage (matrix damage, interfacial damage and fibre breakage). For the two orientations, the results showed that the proportion in number and the kinetics of development of each type of damage depend on the level of the maximum applied stress and on the conditioning. Matrix and interfacial damages are largely the most numerous acoustic events for all the configurations. Micro-CT analysis showed that the damage is different depending on the orientation. However, for each orientation, the same type of damage is observed for the three conditionings, at different stages of development: more advanced for the Wet conditioning, intermediate for the Wet/Dry one and the least developed for the Ambient one.

The analysis of the yarn/matrix interface adhesion was performed through fragmentation tests realised on monofilament hemp/epoxy specimens. A specific mould was designed and developed to produce these specimens by casting. Acoustic emission monitoring and observations in polarized light allowed a better understanding of the fragmentation phenomenon in this type of material. The Interfacial Shear Strength (IFSS) values were calculated and the interfacial debonding lengths were measured. The results show that the yarn/matrix interface is weakened after drying, with a decrease in IFSS of 33%. To improve adhesion at the interface, treatments with hydrogen peroxide and non-thermal plasma were applied to the hemp yarns. Fragmentation tests showed that IFSS is almost twice as high with the peroxide treatment and three times higher with plasma, compared to untreated specimens. An upscale was made by applying the hydrogen peroxide treatment to the hemp fabric. The tensile and fatigue behaviour of hemp/epoxy composites produced with this treated fabric was studied. The results obtained at this scale are disappointing. Therefore, the non-thermal plasma treatment remains the most promising solution, but applying this technique at the fabric scale is complex and requires the development of a new reactor.

Keywords: Fibrous composites--Environmental aspects, Plant fibers, Materials--Fatigue, Acoustic emission, Fiber/matrix interface.

COMPORTEMENT EN FATIGUE ET OPTIMISATION DE L'INTERFACE D'UN COMPOSITE TISSÉ CHANVRE/ÉPOXY : EFFET DE L'HUMIDITÉ

Les composites à renfort d'origine végétale constituent une alternative écologique aux matériaux composites traditionnels tels que les composites à fibres de verre. Cependant, les renforts d'origine végétale sont fortement hydrophiles par rapport à la matrice polymère. Il est donc nécessaire d'étudier l'influence de l'eau sur le comportement mécanique de ces éco-matériaux.

Dans ce travail, trois conditionnements ont été mis en place. Le conditionnement Ambient correspond à l'étude du composite en environnement ambient : stockage et essais à l'ambiante. Le conditionnement Eau permet d'étudier les échantillons dans des conditions extrêmes d'humidité : les éprouvettes sont saturées en eau puis testées dans une enceinte saturée en humidité. Le conditionnement Séché a pour objectif d'étudier le rôle de la désorption sur les propriétés mécaniques du composite. Des éprouvettes de composite tissé chanvre/époxy de deux orientations, $[(0/90)]_7$ et $[(\pm 45)]_7$, ont été testées en traction et en fatigue suivant les trois conditionnements. Des analyses in situ par émission acoustique et post-mortem par MEB et microtomographie ont été réalisées.

Les essais de fatigue ont permis d'établir les courbes de Wöhler pour les deux orientations et les trois conditionnements. Un modèle phénoménologique a été utilisé pour modéliser la durée de vie du composite dans toutes les configurations. Les comparaisons montrent que le conditionnement Eau a une sensibilité à la fatigue plus faible que les conditionnements Ambient et Séché. La classification des événements acoustiques a permis d'identifier trois classes correspondant chacune à un type d'endommagement (endommagement matriciel, endommagement interfacial et rupture de fibres). Pour les deux orientations, les résultats ont montré que la proportion en nombre et la cinétique d'apparition de chaque type d'endommagement dépendent du niveau de contrainte maximale appliquée et du type de conditionnement, les endommagements matriciels et interfaciaux étant toujours largement majoritaires. L'analyse microtomographique a montré que les endommagements sont différents selon l'orientation. Cependant, pour chaque orientation, on retrouve le même type d'endommagement pour les trois conditionnements, à différents stades de développement : plus avancé pour le conditionnement Eau, intermédiaire pour le Séché et le moins développé pour l'Ambiant.

Pour analyser l'adhésion à l'interface fil/matrice, des tests de fragmentation ont été réalisés sur des éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy. Un moule spécifique a été conçu et développé pour réaliser ces éprouvettes par coulée. Un suivi par émission acoustique couplé à des observations en lumière polarisée a permis de mieux comprendre le phénomène de fragmentation dans ce type d'éprouvettes. Les valeurs de la contrainte maximale de cisaillement à l'interface fil/matrice (IFSS) ont été calculées et les longueurs de décohésion interfaciale ont été mesurées. Les résultats montrent que l'interface fil/matrice est affaiblie après séchage, avec une diminution de l'IFSS de 33%. Pour améliorer l'adhésion à l'interface, un traitement au peroxyde d'hydrogène et un traitement par plasma froid ont été appliqués au renfort de chanvre. Les tests de fragmentation montrent que l'IFSS est presque deux fois plus élevée avec le traitement au peroxyde et trois fois plus avec le plasma, par rapport aux éprouvettes non traitées. Un changement d'échelle a ensuite été effectué en appliquant le traitement au peroxyde d'hydrogène sur le tissu de chanvre. Le comportement en traction et en fatigue des composites chanvre/époxy élaborés avec ce tissu traité a été étudié. Les résultats obtenus à cette échelle ne sont pas satisfaisants. Le traitement par plasma reste donc la voie la plus prometteuse, mais appliquer cette technique à l'échelle d'un tissu est complexe et nécessite de mettre au point un nouveau réacteur.

Mots clés : Composites à fibres--Aspect environnemental, Fibres végétales, Matériaux--Fatigue, Emission acoustique, Interface fibre/matrice.