Durabilité des structures renforcées dans le génie civil

Chuyen Nguyen Viet

▶ **To cite this version:**

Chuyen Nguyen Viet. Durabilité des structures renforcées dans le génie civil. Génie civil. Université de Lyon, 2021. Français. NNT : 2021LYSE1019 . tel-03618807

HAL Id: tel-03618807
https://theses.hal.science/tel-03618807

Submitted on 24 Mar 2022

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.

N°d'ordre NNT : **2021LYSE1019**

THESE de DOCTORAT DE L'UNIVERSITE DE LYON
Opérée au sein de
L'Université Claude Bernard Lyon 1

Ecole Doctorale N° 162
(Mécanique-Energétique-Génie Civil-Acoustique)

Spécialité de doctorat : **Science des matériaux**
Discipline : **Génie Civil**

Soutenue publiquement le 21/01/2021, par :
(Chuyen NGUYEN VIET)

Durabilité des structures renforcées dans le génie civil

Devant le jury composé de :

BENZARTI Karim	Directeur de Recherche	Université Gustave Eiffel Paris	Rapporteur
CHATAIGNER Sylvain	Chargé de Recherche	Université Gustave Eiffel Nantes	Rapporteur
AL MAHMOUD Firas	Maître de Conférences (HDR)	Université Lorraine	Examinateur
DAOUADJI Ali	Professeur des Universités	INSA Lyon	Examinateur
GHORBEL Elhem	Professeure des Universités	Université Cergy Paris	Examinatrice
GABOR Aron	Maître de Conférences (HDR)	Université Lyon 1	Examinateur
CURTIL Laurence	Professeure des Universités	Université Lyon 1	Directrice de thèse
REBOUL Nadège	Maître de Conférences	Université Lyon 1	Co-Directrice de thèse

Université Claude Bernard – LYON 1

Administrateur provisoire de l'Université	M. Frédéric FLEURY
Président du Conseil Académique	M. Hamda BEN HADID
Vice-Président du Conseil d'Administration	M. Didier REVEL
Vice-Président du Conseil des Etudes et de la Vie Universitaire	M. Philippe CHEVALLIER
Vice-Président de la Commission de Recherche	M. Jean-François MORNEX
Directeur Général des Services	M. Pierre ROLLAND

COMPOSANTES SANTE

Département de Formation et Centre de Recherche en Biologie Humaine	Directrice : Mme Anne-Marie SCHOTT
Faculté d'Odontologie	Doyenne : Mme Dominique SEUX
Faculté de Médecine et Maïeutique Lyon Sud - Charles Mérieux	Doyenne : Mme Carole BURILLON
Faculté de Médecine Lyon-Est	Doyen : M. Gilles RODE
Institut des Sciences et Techniques de la Réadaptation (ISTR)	Directeur : M. Xavier PERROT
Institut des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques (ISBP)	Directrice : Mme Christine VINCIGUERRA

COMPOSANTES & DEPARTEMENTS DE SCIENCES & TECHNOLOGIE

Département Génie Electrique et des Procédés (GEP)	Directrice : Mme Rosaria FERRIGNO
Département Informatique	Directeur : M. Behzad SHARIAT
Département Mécanique	Directeur M. Marc BUFFAT
Ecole Supérieure de Chimie, Physique, Electronique (CPE Lyon)	Directeur : Gérard PIGNAULT
Institut de Science Financière et d'Assurances (ISFA)	Directeur : M. Nicolas LEBOISNE
Institut National du Professorat et de l'Education	Administrateur Provisoire : M. Pierre CHAREYRON
Institut Universitaire de Technologie de Lyon 1	Directeur : M. Christophe VITON
Observatoire de Lyon	Directrice : Mme Isabelle DANIEL
Polytechnique Lyon	Directeur : Emmanuel PERRIN
UFR Biosciences	Administratrice provisoire : Mme Kathrin GIESELER
UFR des Sciences et Techniques des Activités Physiques et Sportives (STAPS)	Directeur : M. Yannick VANPOULLE
UFR Faculté des Sciences	Directeur : M. Bruno ANDRIOLETTI

Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé au sein du Laboratoire des Matériaux Composites pour la Construction (LMC^2), Université de Claude Bernard Lyon 1. Son achèvement doit tenir compte des aides, des conseils, des encouragements conviviaux de l'ensemble du personnel du LMC^2.

Je tiens à remercier en premier lieu, et tout particulièrement à mes deux encadrants : ma directrice de thèse, professeure Laurence CURTIL et ma co-directrice de thèse Mme. Nadège REBOUL, qui ont accepté d'encadrer cette thèse et qui ont suivi de près mon travail avec beaucoup de patiences. Leurs soutiens permanents et leurs passions de recherche m'encouragent à surmonter les difficultés rencontrées durant la thèse. Sans leurs aides précieuses, la thèse n'arrive pas à la fin.

J'exprime ma sincère reconnaissance à Monsieur Professeur Karim BENZARTI, Directeur de Recherche de l'IFSTTAR et Monsieur Sylvain CHATAIGNER, Chargé de Recherche de l'IFSTTAR (HDR) qui ont sacrifié leur temps précieux pour évaluer et rapporter mes travaux de thèse.

J'adresse également ma reconnaissance à Madame Professeure Elhem GHORBEL et Monsieur Professeur Firas AL MAHMOUD (MCF, HDR) qui ont accepté d'examiner mes travaux de thèse.

Je voudrais adresser mes remerciements à Monsieur Professeur Ali DAOUADJI et à Monsieur Aron GABOR (MCF-HDR) qui ont accepté d'examiner mes travaux de thèse et contribué les opinions précieuses pour l'avancement de ma recherche. Je voudrais exprimer ma gratitude envers Monsieur Professeur Emmanuel FERRIER, Directeur du laboratoire LMC^2, pour avoir accepté et poussé mon travail de thèse.

Je voudrais exprimer ma gratitude envers les collaborateurs du projet ANR MICRO en particulier Mme. Marie MICHEL, Serge ZOMBRE et Robert CHLELA pour leur collaboration étroite dans la réussite de mon travail de thèse.

Je remercie également M. Laurent MICHEL (MCF-HDR) et M. Xuan Hong VU (MCF-HDR) qui m'ont beaucoup aidé pour mes expériences.

Je tiens également à remercier les deux techniciens du laboratoire LMC^2, Messieurs Emmanuel JANIN et Norbert COTTET qui m'ont aidé à préparer des éprouvettes utilisées dans les campagnes expérimentales de cette thèse.

Merci à toutes autres permanences et tous les doctorants du laboratoire LMC^2 avec qui j'ai partagé de bons moments. Jamais je n'oublie mes amis Vietnamiens à Lyon et mes collègues du laboratoire pour leur aide, leur cordialité et leur partage qui renforcent ma motivation pour la thèse.

Enfin, je manifeste profondément mes reconnaissances à ma famille qui ont été capitaux tout au long des années de recherche.

Un grand merci à tous.

Chuyen NGUYEN VIET

Résumé

Le renforcement structural par collage externe de composites à base de fibres synthétiques est courant pour prolonger la durée de vie des ouvrages en béton. Depuis peu, pour concilier performance et enjeu environnemental, les composites à base de fibres végétales et de résines biologiques font leur apparition mais se pose la question de la durabilité de ces systèmes de renforcement lorsqu'ils sont exposés aux conditions climatiques.

Cette thèse, menée dans le cadre du projet ANR MICRO, présente une étude expérimentale sur la durabilité de deux composites : l'un traditionnel, à base de fibres de carbone et d'une résine époxyde (PRFC), l'autre, plus innovant, à base de fibres de lin et d'une résine époxyde partiellement biosourcée (PRFL). L'objectif est d'évaluer l'évolution des propriétés de ces composites et de leur capacité à renforcer une structure en béton au cours du temps en fonction des conditions environnementales. Ces systèmes de renforcement sont soumis à six vieillissements accélérés hygrothermiques pendant 24 mois et à un vieillissement naturel en région lyonnaise durant 3 ans.

Des caractérisations physico-chimiques et mécaniques ont été menées sur les composites au cours du vieillissement. Un suivi par émission acoustique a été réalisé lors des essais de traction pour mieux appréhender les endommagements occasionnés par les vieillissements. Il ressort de cette étude que la dissolution des composants biologiques de la fibre de lin en immersion dans l'eau à une température élevée a provoqué une pérennité moindre du composite partiellement biosourcé à celle du composite traditionnel. Par contre en vieillissement naturel de 1 à 3 ans, le composite partiellement biosourcé a présenté une durabilité plus importante que le composite traditionnel.

Enfin, le comportement au cours du temps de la liaison composite/béton collée a été étudié par le biais d'essais d'arrachement et de cisaillement. Une attention particulière a été donnée à l'analyse de l'influence du traitement de surface du béton sur le comportement de la liaison. Les résultats obtenus ont indiqué qu'une surface de béton sablée permet de retarder le vieillissement hygrothermique en immersion dans l'eau à 40°C et d'augmenter la résistance à l'arrachement. Après vieillissement à température élevée, le composite biosourcé conserve une bonne adhérence avec le béton même si ses performances sont plus faibles que celles du composite traditionnel. Après vieillissement par immersion, les interfaces composite/béton sont fortement dégradées, quel que soit le composite. Après 3 ans du vieillissement naturel, les performances du composite partiellement biosourcé sont proches de celles du composite traditionnel.

Malgré quelques restrictions, le composite partiellement biosourcé pourrait raisonnablement remplacer le composite traditionnel pour le renforcement extérieur de structures en béton.

Mots-clés: Durabilité, Vieillissement Accéléré, Vieillissement Hygrothermique, Vieillissement Naturel, Polymère Renforcé par Fibres de Lin, PRFL, Polymère Renforcé par Fibres de Carbone, PRFC, Moulage au contact, Emission Acoustique, Classification, Rugosité

Title: **Durability of reinforced structures in civil engineering**

Abstract

Structural reinforcement by external bonding of composites based on synthetic fibres is common to extend the lifetime of concrete structures. Recently, in order to reconcile performance and environmental issues, composites based on plant fibres and bio-sourced resins are emerging, but the durability of these reinforcement systems arises when exposed to climatic conditions.

This thesis, forms part of the ANR MICRO project, presents an experimental study on the durability of two composites: one traditional, based on carbon fibres and an epoxy resin (CFRP), the other, more innovative, based on flax fibres and a partially bio-sourced epoxy resin (FFRP). The objective is to evaluate the evolution of the properties of these composites and their capacity to reinforce a concrete structure over time, according to environmental conditions. These reinforcement systems were stored under six hygrothermal accelerated ageing for 24 months and natural ageing in the Lyon region during 3 years.

Physico-chemical and mechanical characterizations were conducted on composites during aging. Acoustic emission monitoring was carried out during the tensile tests to better understand the damage caused by ageing. This study showed that the dissolution of the biological components of the flax fibre during immersion in water at a high temperature resulted in a lower durability of the partially bio-sourced composite than the traditional composite. On the other hand, in natural ageing from 1 to 3 years, the partially bio-sourced composite showed a more important durability than the traditional composite.

Finally, the behaviour over time of the composite/concrete bonding was studied by bias of pull-off and double shear tests. Particular attention was given to the analysis of the influence of concrete surface treatment on the behaviour of the composite/concrete bonding. The obtained results indicated that a sandblasted concrete surface proves to be effective in delaying the hygrothermal aging in water immersion at 40°C and increases the pull-off strength. After ageing at high temperature, the biosourced composite retains a good adhesion with the concrete even if its performance is lower than the traditional composite. After ageing by immersion, the composite/concrete interfaces are severely degraded, regardless of the composite. The performance of the partially biosourced composite is close to that of the traditional composite after 3 years of natural aging.

Despite some restrictions, the partially bio-sourced composite could reasonably replace the traditional composite for the external reinforcement of concrete structures.

Keywords: Durability, Accelerated Ageing, Hygrothermal Ageing, Natural Ageing, Flax Fibre Reinforced Polymer, FFRP, Carbon Fibre Reinforced Polymer, CFRP, Hand lay-up process, Acoustic Emission, Clustering, Roughness.

Sommaire

INTRODUCTION **1**

CHAPITRE 1. BIBLIOGRAPHIE **3**

1.1. GENERALITES SUR LES COMPOSITES **4**

1.1.1. Matrices 4

1.1.1.1. Généralités *4*

1.1.1.2. Résine époxyde *5*

1.1.2. Fibres de renfort 8

1.1.2.1. Généralités *8*

1.1.2.2. Fibre de renfort de carbone *9*

1.1.2.3. Fibres de renfort de lin *10*

1.1.3. Composites 15

1.1.3.1. Théories d'adhésion *15*

1.1.3.2. Interface fibre/matrice *17*

1.1.3.3. Comportement en traction des composites *17*

1.1.3.4. Comportement mécanique des composites à matrice Polymère, Renforcée par des Fibres de Carbone (PRFC) *20*

1.1.3.5. Comportement mécanique des composites à matrice Polymère, Renforcée par des Fibres de Lin (PRFL) *20*

1.1.4. Influence de l'état de la surface du béton sur l'adhérence composite/béton 21

1.1.4.1. Modes de sollicitation mécanique et modes de rupture de l'assemblage composite/béton *21*

1.1.4.2. Influence de la rugosité du substrat sur l'adhésion composite/béton *22*

1.2. GENERALITES SUR LE VIEILLISSEMENT **28**

1.2.1. Les facteurs influents du vieillissement des composites 28

1.2.1.1. Température *28*

1.2.1.2. Humidité *29*

1.2.1.3. Autres facteurs climatiques *31*

1.2.1.4. Essai de caractérisation du vieillissement des composites *32*

1.2.2. Vieillissement des matrices 33

1.2.2.1. Vieillissement chimique *33*

1.2.2.2. Vieillissement physique *34*

1.2.2.3. Conséquences de l'absorption d'eau *35*

1.2.3. Vieillissement de fibres 36

1.2.4. Vieillissement de l'adhésion fibre/matrice 38

1.2.5. Vieillissement des composites à matrice polymère, renforcés par les fibres de carbone et de lin 41

1.2.5.1. Vieillissement des composites à matrice Polymère, Renforcés par des Fibres de Carbone (PRFC) *41*
1.2.5.2. Vieillissement des composites à matrice Polymère, Renforcés par des Fibres de Lin (PRFL) *48*
1.2.6. Vieillissement de l'interface composite/béton 55
1.2.6.1. Généralités sur le vieillissement d'une interface composite/substrat *55*
1.2.6.2. Vieillissement de l'interface composite/béton *56*
1.3. APPORT DES ESSAIS ACOUSTIQUES SUR LE SUIVI DU VIEILLISSEMENT DES COMPOSITES 60
1.3.1. Généralités sur l'émission acoustique 61
1.3.1.1. Introduction des essais non destructifs *61*
1.3.1.2. Emission acoustique *61*
1.3.1.3. Sources d'EA et atténuation du signal d'EA pour les matériaux composites *62*
1.3.1.4. Notion d'EA discrète *64*
1.3.2. Etudes du vieillissement des composites par émission acoustique 66
1.3.2.1. Mécanismes d'endommagement des composites non vieillis *66*
1.3.2.1.1. Analyse à partir d'un seul descripteur 66
1.3.2.1.2. Analyse de deux descripteurs 72
1.3.2.1.3. Méthode de l'analyse multivariable 74
1.3.2.2. Suivi des mécanismes d'endommagements des composites à matrice polymère, soumis à un vieillissement *80*
1.4. CONCLUSION DE L'ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE 85
CHAPITRE 2. MATERIAUX, METHODOLOGIE ET PROGRAMME EXPERIMENTAL 86
2.1. MATERIAUX 87
2.1.1. Les composites 87
2.1.1.1. Les résines *87*
2.1.1.1.1. Résine TFC 87
2.1.1.1.2. Résines bio-sourcées 88
2.1.1.2. Les fibres *89*
2.1.1.2.1. Tissu de fibres de carbone 89
2.1.1.2.2. Tissu de fibres de lin 90
2.1.1.3. Les composites *90*
2.1.1.3.1. Fabrication des composites 90
2.1.1.3.2. Composite à base de fibres de carbone (PRFC) 92
2.1.1.3.3. Composite à base de fibres de lin (PRFL) 93
2.1.2. Le béton 93
2.1.2.1. Fabrication du béton *93*

2.1.2.2. Traitement de la surface de béton 95
2.1.3. Collage des composites sur le béton 97
2.2. PROTOCOLES DE VIEILLISSEMENT 99
2.2.1. Sélection des conditions de vieillissement 99
2.2.2. Vieillissement accéléré 99
2.2.3. Vieillissement de laboratoire 102
2.2.4. Vieillissement naturel 102
2.3. METHODE DE SUIVI DES PROPRIETES 103
2.3.1. Essai de caractéristique du béton 103
2.3.1.1. Mesure de la rugosité de la surface du béton 103
2.3.1.2. Essai de compression du béton 104
2.3.2. Caractérisation des propriétés physico-chimiques 104
2.3.2.1. Cinétique de sorption des composites 104
2.3.2.2. Calorimétrie différentielle à balayage 105
2.3.2.3. Essai de tomographie 106
2.3.3. Essais de caractéristique des propriétés mécaniques des composites et interfaces composite/béton 107
2.3.3.1. Essai de traction simple 107
2.3.3.1.1. Préparation des éprouvettes 107
2.3.3.1.2. Test de traction simple 108
2.3.3.1.3. Exploitation 109
2.3.3.2. Dispositifs de mesure de l'émission acoustique 111
2.3.3.2.1. Objectifs de l'émission acoustique 111
2.3.3.2.2. Instrumentation d'émission acoustique 111
2.3.3.2.3. Réglage des données d'entrée pour l'acquisition 112
2.3.3.2.4. Mesure d'EA pendant l'essai de traction simple 114
2.3.3.2.5. Méthodes d'analyse des signaux EA 114
2.3.3.3. Essai de cisaillement en traction 119
2.3.3.4. Essai de flexion 3 points à courte portée 120
2.3.3.5. Essai d'arrachement composite/béton 121
2.3.3.6. Essai de double cisaillement 123
2.3.3.6.1. Instrumentation des essais 123
2.3.3.6.2. Exploitation 124
2.4. PROGRAMME EXPERIMENTAL 126
2.5. CONCLUSION 130
CHAPITRE 3. RESULTATS EXPERIMENTAUX DES COMPOSITES 131
3.1. RESULTATS POUR LE COMPOSITE EPOXY/CARBONE 132
3.1.1. Cinétique de sorption d'eau 132

3.1.2. Température de transition vitreuse 135
3.1.3. Résultats d'essai de traction simple de la résine 137
3.1.4. Résultats d'essai de traction simple du composite 138
3.1.4.1. Analyse des résultats du projet ANR MICRO 138
3.1.4.2. Analyse des résultats du vieillissement à court terme 145
3.1.4.3. Résultats de tomographie 148
3.1.5. Analyse des résultats d'émission acoustique 153
3.1.5.1. Analyse des coudes des courbes d'événements cumulés 153
3.1.5.2. Résultats de l'analyse par la fonction Sentry. 155
3.1.5.3. Résultats de classification du composite PRFC 156
3.1.5.4. Conclusion des résultats d'EA de PRFC 161
3.1.6. Evolution de la résistance au cisaillement interlaminaire 161
3.1.6.1. Modes d'endommagement 161
3.1.6.2. Evolution de la résistance de cisaillement 162
3.1.7. Conclusion 165
3.2. RESULTATS DU COMPOSITE EPOXYDE BIOSOURCEE/LIN 165
3.2.1. Cinétique de sorption d'eau 165
3.2.2. Température de transition vitreuse 168
3.2.3. Résultats d'essai en traction des résines 171
3.2.4. Résultats d'essai de traction simple des composites 172
3.2.4.1. Analyse des résultats du vieillissement accéléré et naturel à 24 mois ... 172
3.2.4.2. Résultats du vieillissement à court terme 179
3.2.4.3. Analyse des résultats de tomographie 183
3.2.5. Analyse des données d'émission acoustique 187
3.2.5.1. Analyse des coudes des courbes d'événements cumulés 187
3.2.5.2. Analyse de la fonction Sentry. 190
3.2.5.3. Classification des modes d'endommagement 191
3.2.5.4. Conclusion des résultats d'EA de PRFL 195
3.2.6. Résultats d'essai de flexion 3 points à courte portée 196
3.2.7. Conclusion 198
3.3. COMPARAISON DES RESULTATS ANALYSES DE DEUX COMPOSITES 199
3.3.1. Comparaison des résultats obtenus à court terme 199
3.3.1.1. Résultats physiques 199
3.3.1.2. Résultats mécaniques 202
3.3.1.3. Résultats de la mesure d'émission acoustique 204
3.3.2. Comparaison des résultats à long terme 204
3.3.2.1. Résultats physiques 204

3.3.2.2. Analyses des propriétés mécaniques des deux composites *208*

3.4. CONCLUSION DU CHAPITRE 3 ..... **213**

CHAPITRE 4. CARACTERISATION MECANIQUE DE L'INTERFACE COMPOSITE/BETON **214**

4.1. RESULTATS DES ESSAIS SUR LE BETON SEUL **215**

4.1.1. Résultats de mesure de la rugosité des dallettes 215

4.1.2. Evolution des résistances du béton à court terme 216

4.1.3. Evolution des résistances du béton à long terme 217

4.2. RESULTATS DES ESSAIS DE L'INTERFACE PRFC/BETON **219**

4.2.1. Résultats de l'essai d'arrachement composite/béton 219

4.2.1.1. Résultats de l'essai d'arrachement composite/ béton *219*

4.2.1.1.1. Analyse des résultats de V1, V2, V3, V4, V5,V6 de 24 mois et et VN de 2 ans, 3 ans 219

4.2.1.1.2. Influence de l'état de la surface du béton sur le vieillissement de l'interface composite/béton 223

4.2.1.2. Conclusion de l'influence de rugosité à l'interface PRFC/béton *226*

4.2.2. Résultats d'essais de double cisaillement de l'interface PRFC/béton 227

4.2.2.1. Observation de modes de rupture *227*

4.2.2.2. Comportement global *228*

4.2.2.3. Comportement local *232*

4.2.2.4. Comparaison des résultats entre le VN- 2 ans et les V6 ..... *233*

4.2.2.5. Résumé des essais de double cisaillement *234*

4.2.3. Conclusion des résultats d'essai de l'interface PRFC/ béton 234

4.3. RESULTATS DES ESSAIS DE L'INTERFACE PRFL/BETON **237**

4.3.1. Résultats de l'essai d'arrachement PRFL/béton 237

4.3.1.1. Résultats de l'essai d'arrachement PRFL/ béton *237*

4.3.1.1.1. Analyse des résultats à long terme du projet ANR MICRO 237

4.3.1.1.2. Analyse de l'influence de l'état de surface du béton sur le vieillissement de l'interface PRFL/béton 242

4.3.1.1. Conclusion de l'influence de la rugosité sur l'interface PRFL/béton *245*

4.3.2. Résultats d'essais de double cisaillement de l'interface PRFL/béton 245

4.3.2.1. Observation des modes de rupture *245*

4.3.2.2. Comportement global *246*

4.3.2.3. Comportement local *249*

4.3.2.4. Résumé des essais de double cisaillement de l'interface PRFL/ béton *251*

4.3.3. Conclusion des résultats d'essai de l'interface PRFL/ béton 251

4.4. COMPARAISON DES RESULTATS ANALYSES DE L'INTERFACE COMPOSITES/BETON **254**

4.4.1. Comparaison des influences de la rugosité du béton sur le vieillissement de l'interface composite/béton 254

4.4.2. Comparaison des résultats après vieillissement pour les composites collés sur surfaces de béton poncées (ANR)..... 256

4.4.2.1. Essai d'arrachement..... 256

4.4.2.2. Cisaillement de l'interface composite/béton (condition V6(60°C, 100% HR) 259

4.5. CONCLUSION DU CHAPITRE 4 262

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES..... 263

BIBLIOGRAPHIE 266

ANNEXES 292

ANNEXE 1 292

ANNEXE 2 294

ANNEXE 3 297

INTRODUCTION

Le patrimoine bâti se dégrade de jour en jour sous les contraintes environnementales. Les experts ont rapporté que 3500 ouvrages (Ministère de la Culture, 2018) incluant 2800 ponts de l'Etat nécessitent un entretien ou une réparation pour prolonger leur durée d'usage (Maurey, 2019). La technique de réparation/ renforcement des structures en béton ou béton armé par collage de composite à base de textiles s'est développée depuis les années 90s et cette technique est très efficace à court terme. La durabilité des structures renforcées par les matériaux composites à long terme est indispensable pour assurer une exploitation normale, une sécurité d'utilisation et une prolongation de la durée de vie sur le long terme.

Les fibres synthétiques utilisées en renfort (fibres de carbone, de verre) sont étudiées depuis une cinquantaine d'années (Hamelin, 2010). Néanmoins, elles peuvent être nuisibles pour l'homme lors de leur fabrication et pour l'environnement en fin du cycle de vie. Par conséquent, les fibres végétales, développées ces dernières années, fournissent une solution plus écologique, tout en restant efficaces pour renforcer des structures du génie civil (Baley, 2013). Toutefois, l'utilisation des fibres végétales soulève des questionnements sur la durabilité des structures renforcées par les composites biologiques.

Le projet MICRO « Matériaux Innovants Composites pour la Réparation d'Ouvrages », financé par l'Agence Nationale de la Recherche (ANR), vise à contribuer à la connaissance de la durabilité des structures renforcées. Les objectifs principaux du projet MICRO sont de mieux appréhender la durabilité et la fiabilité du procédé constructif à travers une approche fiabiliste et une analyse multi-échelle et de développer un système de renforcement composite innovant à empreinte environnementale réduite en se basant sur l'utilisation de constituants naturels ou bio-sourcés et dépourvus de composés CMR (effets Cancérogènes, Mutagènes, Toxiques pour la Reproduction).

Lors de la réalisation du projet MICRO, 2 thèses ont été soutenues et ma thèse est le prolongement de ce projet.

Ma recherche avait les objectifs suivants :

- Analyse des changements de propriétés, notamment mécaniques des composites soumis à un vieillissement.
- Analyse des différents mécanismes d'endommagement en fonction des matrices (résine époxyde, résine polymère bio).
- Analyse des changements des performances mécaniques des joints de colle à l'interface composite/béton exposés à un vieillissement.
- Comparaison des mécanismes d'endommagement sous vieillissement naturel et vieillissement accéléré

La recherche sur la durabilité des structures en béton renforcées par deux types de composites a été réalisée par une approche expérimentale multi-échelle (Figure 1). On a mesuré les différentes dégradations des propriétés mécaniques et physiques des matrices polymères, des composites purs, des joints de colle à l'interface composite/béton, des dallettes ou des blocs du béton. L'influence de différents vieillissements sur les différents indicateurs a été analysée.

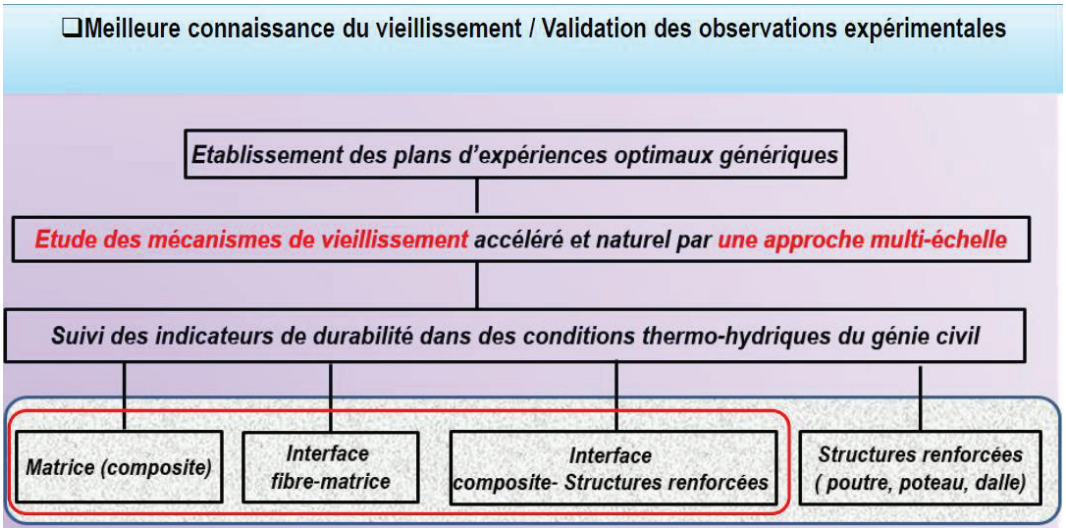


Figure 1 – Echelles des méthodologies expérimentales dans le projet ANR MICRO (Zombré, 2019)

Le présent manuscrit est composé de quatre chapitres :

Le premier chapitre présente une synthèse bibliographique. Une première partie est consacrée aux composites, à l'adhésion fibre/matrice et à l'interface composite/béton. Ensuite, l'état de l'art sur les vieillissements de composites, de l'interface fibre/matrice et de l'interface composite/béton est synthétisé dans la deuxième partie. La dernière partie donne un aperçu des recherches sur le suivi du vieillissement de composites par la mesure d'émission acoustique.

Le deuxième chapitre présente les matériaux composites utilisés, la méthodologie et le programme expérimental. Les compositions des deux composites étudiés, le procédé de fabrication des composites et la méthode de collage des composites sur béton sont détaillés. Les protocoles de vieillissement choisis sont décrits avec les vieillissements accélérés, le vieillissement naturel et le vieillissement en laboratoire. Les méthodes de caractérisation physico-chimique, les tests mécaniques et le dispositif de mesure d'émission acoustique sont présentés. Enfin, le programme expérimental donne une vue d'ensemble des différents essais effectués dans le cadre de cette thèse et du projet MICRO.

Le troisième chapitre compile les résultats expérimentaux obtenus sur les composites purs avec les résultats de la caractérisation physico-chimique et des propriétés mécaniques. Les données d'émission acoustique sont analysées afin de mieux comprendre l'évolution des mécanismes d'endommagement des composites sous les différentes conditions du vieillissement. Une analyse comparative entre PRFC et PRFL est finalement menée.

Le quatrième chapitre est consacré aux résultats obtenus après divers vieillissements de l'interface composite/béton avec les résultats de l'essai d'arrachement et de l'essai de double cisaillement. Une étude complémentaire sur l'influence de la rugosité des dallettes sur la résistance à l'arrachement est présentée afin de mieux appréhender l'influence de l'état de la surface du béton sur le vieillissement de l'interface composite/béton. Les résultats obtenus pour les deux types d'interface composite/béton sont enfin comparés.

Enfin, une conclusion générale permet d'analyser la durabilité des deux matériaux composites soumis aux diverses conditions de vieillissement afin de savoir si le PRFL peut ou non constituer une alternative au PRFC dans le renforcement de structures en béton. Des perspectives pour des études ultérieures seront évoquées.

CHAPITRE 1. **BIBLIOGRAPHIE**

Ce chapitre présente un état de l'art sur la durabilité des composites utilisés pour le renforcement et la réparation des ouvrages du génie civil avec les trois aspects suivants : les composites renforcés par des fibres synthétiques et végétales, les vieillissements des composites et de l'interface composite/béton, le suivi du vieillissement des composites par émission acoustique.

Dans la première partie de ce chapitre, nous nous intéresserons aux composites, au support béton et à son interface.

Dans la deuxième partie, les facteurs du vieillissement et méthodes de vieillissement seront présentés.

Dans la troisième partie, nous évoquerons le suivi des matériaux par méthodes non destructives et plus particulièrement par émission acoustique.

1.1. GENERALITES SUR LES COMPOSITES

Le matériau composite est un matériau hétérogène résultant d'au moins deux constituants non miscibles. Un matériau composite se compose principalement d'une matrice, d'un renfort et éventuellement d'une charge ou d'un additif (Figure 2). Les renforts assurent essentiellement les propriétés mécaniques des composites tandis que les matrices noient et protègent les renforts. Les matrices assurent la cohésion et transfèrent les efforts de la matrice aux renforts.

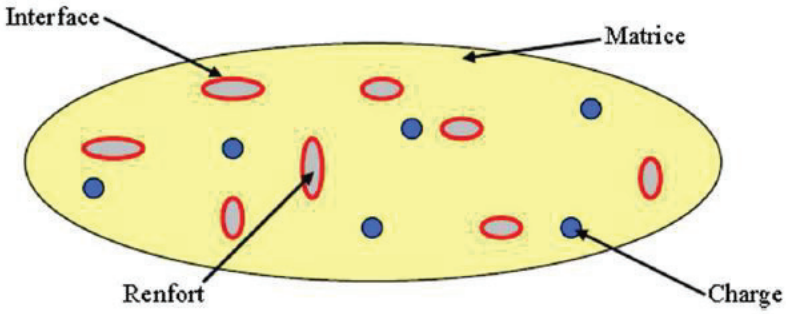


Figure 2 – Schéma d'un matériau composite (CARMA, 2006)

Il existe de nombreux matériaux composites industriels. En se basant sur la nature de la matrice utilisée, les matériaux composites sont classés habituellement en trois familles :

- Les composites à matrice organique (CMO)
- Les composites à matrice céramique (CMC)
- Les composites à matrice métallique (CMM)

Les CMO sont les plus répandus, par exemple, pour l'aéronautique, les sports et les constructions industrielles. Leurs caractéristiques sont intéressantes : des qualités mécaniques remarquables, une bonne adaptation aux diverses formes de produits demandés, une facilité de fabrication et des coûts unitaires relativement réduits. Dans cette thèse, nous nous sommes intéressés uniquement aux composites à matrice organique.

1.1.1. Matrices

1.1.1.1. Généralités

Les résines industrielles sont composées d'additifs, de plastifiants et de catalyseurs qui ont pour but de modifier les propriétés finales ou la mise en œuvre. En vue d'une utilisation en renforcement externe de structures béton, les matrices doivent s'adapter aux besoins de la mise en œuvre et de tenue à l'environnement. Elles doivent assurer une bonne adhérence entre le composite et la surface du béton et avoir une bonne résistance aux conditions climatiques (humidité, température, attaque par des produits chimiques, etc.). L'interface fibre/ matrice est une zone qui joue un rôle important sur le comportement mécanique des composites. Les matrices doivent être suffisamment déformables et compatibles avec les fibres. Les propriétés des composants et la fabrication des composites influent sur la résistance de l'interface fibre/ matrice. Généralement, les matrices organiques répondent à ces critères et sont couramment utilisées dans le domaine du génie civil.

Les matrices (résines) organiques sont classées en trois types : élastomères thermoplastiques et thermodurcissables. Généralement, les thermoplastiques se présentent sous forme solide (plaques, granulés, …). Ces matrices sont composées d'une structure linéaire de longues molécules. Les liaisons entre les macromolécules sont faibles, de type de Van der

Waals, se cassent par chauffage et se rétablissent au cours d'un refroidissement (Figure 3a) (Gendre, 2011). Ces processus sont réversibles et les thermoplastiques peuvent être mis en forme plusieurs fois par chauffage et refroidissement successifs, donc ces matrices se recyclent. Dans le domaine du Génie Civil, on utilise régulièrement les thermoplastiques pour la fabrication des tuyaux flexibles (Biron, 2014). Mais, en raison des faibles liaisons physiques des thermoplastiques, leurs propriétés mécaniques ne sont pas idéales pour la réparation ou le renforcement des ouvrages en génie civil (Caractéristiques physico-mécaniques **de polymères** Tableau 49-Annexe 1).

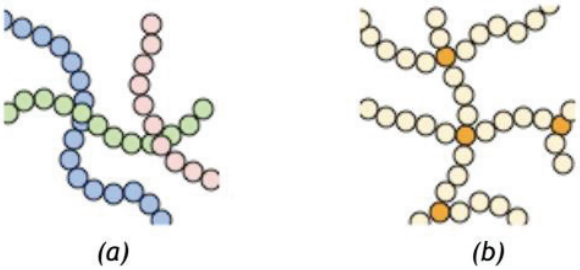


Figure 3 – Structures moléculaires (Gendre, 2011):
(a) d'un polymère thermoplastique (b) d'un polymère thermodurcissable

Les thermodurcissables sont proposés généralement sous forme liquide visqueuse et nécessitent un mélange de deux composants « Résine » et « Durcisseur » dans des conditions normales de température. Les thermodurcissables présentent une structure en forme de réseaux tridimensionnels de molécules. Les liaisons chimiques (liaisons covalentes) sont établies entre les réseaux de molécules lors d'une réaction exothermique (Figure 3b) (Gendre, 2011). Ce processus confère à ces matrices une structure solidifiée qui ne peut être détruite que par un apport important d'énergie thermique. Cette transformation de l'état liquide visqueux à l'état durci, la polymérisation, est irréversible. Les thermodurcissables ne peuvent donc être mis en forme qu'une seule fois sous forme d'une pièce définitive. Le Tableau 50 (Annexe 1) présente les propriétés mécaniques des thermodurcissables couramment utilisés.

1.1.1.2. Résine époxyde

Les résines époxydes possèdent des bonnes caractéristiques mécaniques ainsi que de bonnes résistances aux produits chimiques et une facilité de mise en œuvre par rapport aux autres résines thermodurcissables. En conséquence, les résines époxydes sont souvent utilisées comme matrices dans les composites à haute performance pour le renforcement extérieur des ouvrages en génie civil.

Les résines époxydes sont des résines bi-composantes : **un prépolymère époxyde** et **un durcisseur**. Le prépolymère époxyde du diglycidyléther de bisphénol A (DGEBA) et les durcisseurs de type amine (Polyamines aliphatiques, Polyamino-amides, Polyamines aromatiques) sont couramment utilisés (Backelandt, 2005)**.** Par ailleurs, les adjuvants permettent de modifier quelques caractéristiques de la résine époxyde: l'accélération du processus de durcissement par les catalyseurs, l'augmentation des performances mécaniques en utilisant des charges minérales, la réduction de la viscosité par des diluants (Bardonnet,1992).

Toutefois, leur fabrication et leur application au renforcement des structures ont des effets nocifs sur la santé de l'homme et sur l'environnement. C'est pourquoi, des résines bio-sourcées ont été développées et étudiées. Ces produits innovants sont issus de ressources renouvelables. Des recherches pour synthétiser les résines époxydes bio-sourcées ont permis

l'élaboration à partir de tanins et de durcisseurs aminés commerciaux (Caillol, 2011), la résine époxyde de Tannin/Hexamine synthétisée à partir de polyphénols naturels (Kueny, 2013), la synthèse du glycidyl éther de catéchine (Nouailhas et al, 2011)… Ces recherches montrent que les propriétés mécaniques et thermiques des résines bio-sourcées sont comparables aux résines époxydes classiques synthétisées par ressources fossiles.

- ***Propriétés physico-chimiques***

Le mélange d'un prépolymère époxyde et d'un durcisseur crée une réaction chimique qui permet de passer irréversiblement de l'état liquide visqueux à l'état durci (Polymérisation ou réticulation de la résine époxyde) (Figure 218-Annexe 1).

En fait, le processus de polymérisation de la résine époxyde n'est pas terminé complètement après le mélange (Figure 219-Annexe 1) (Gillham, 1987). Fontanille et Vairon (2009) suggèrent que la polymérisation de la résine époxyde est une fonction du temps et de la température de cure, donc les résines époxydes doivent subir une cure après le mélange pour parvenir à leurs propriétés mécaniques, chimiques et physiques. Pour le renforcement extérieur des ouvrages du génie civil, les températures des structures et de l'environnement sont modérées, donc la résine époxyde reste à l'état caoutchouteux de la phase de la gélification et tend ensuite vers la polymérisation complète au cours du temps.

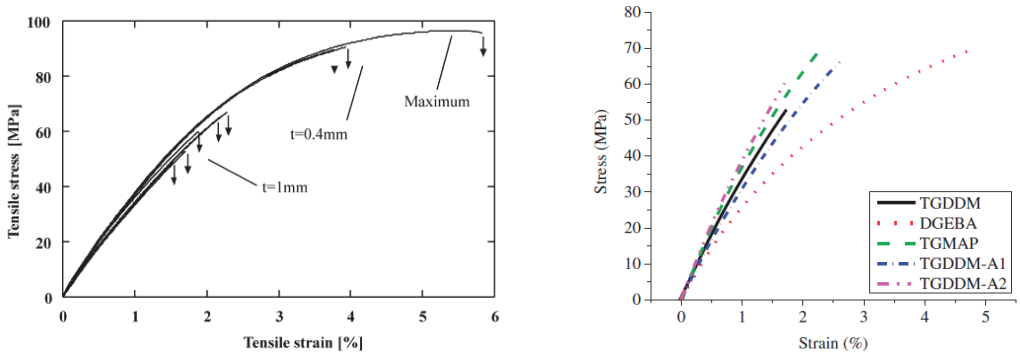
Une propriété physique importante des résines époxydes est leur changement d'état de solide à caoutchouteux quand elles sont soumises à une température de cuisson élevée. Quand la température de cuisson augmente jusqu'une certaine valeur, l'énergie absorbée devient plus haute que l'énergie de liaison entre les réseaux moléculaires ce qui permet de casser les liaisons hydrogènes (liaisons de Van Der Walls) entre les réseaux moléculaires. De ce fait, les molécules des résines sont faciles à mobiliser. La température de changement d'état est la température de transition vitreuse Tg. Si une résine époxyde est exposée à une température plus élevée que Tg, elle devient flexibles, diminue son module d'Young et ses résistances, augmente son volume spécifique et sa déformation (Chaussadent et Clément, 2006).

L'absorption d'eau est également une caractéristique physique importante pour les résines époxydes avec la pénétration de l'eau dans les pores libres au sein des résines. En effet, les groupements hydrophiles amines de durcisseur ou des charges de Silice réagissent facilement avec l'eau (Verdu, 2000a) (Mortaigne, 2005).

- ***Propriétés mécaniques***

La plupart des résines époxydes ont un comportement non linéaire en traction simple (Bisphénol A-Figure 4a-Fiedler, 2001) (Figure 4b-Misumi et al, 2016).

Généralement, les résines époxydes possèdent des propriétés mécaniques élevées, mise à part la résistance au choc. Le Tableau 1 présente les performances mécaniques des résines époxydes.



(a) *(b)*

Figure 4 – Comportement de différentes résines époxydes : (a) les éprouvettes de différentes épaisseurs (Fiedler et al. 2001), (b) Différentes résines époxydes

Tableau 1 –Caractéristiques mécaniques des résines époxydes (Bardonnet, 1992)

Caractéristique	Norme	Valeur moyenne
Contrainte à rupture en traction	ISO 527	70-80 MPa
Allongement à rupture en traction	ISO 527	1-1,5 %
Contrainte à rupture en compression	ISO 604	140-150 MPa
Contrainte à rupture en flexion	ISO 178	110-130 MPa
Allongement maximal à rupture en traction	ISO 178	1,2-1,7 %
Module d'Young en traction	DIN 53457	10,2 GPa
Coefficient de poisson		0,35
Résistance au choc	ISO 179	7-10 kJ/m^2

Le facteur plus important sur les propriétés mécaniques des résines époxydes est la stœchiométrie du mélange résine époxyde/durcisseur. Marouani et al (2008) ont recherché l'influence de la variabilité de la stœchiométrie du mélange résine époxyde/amine sur l'évolution des propriétés mécaniques de la résine époxyde. Les résultats de cette recherche confirment qu'il existe une valeur optimale de la stœchiométrie pour obtenir des valeurs optimales du module et de la résistance. Les fournisseurs des résines époxydes recommandent régulièrement la prise exacte de la stœchiométrie indiquée sur leurs produits et le non-respect de ces valeurs a un impact fort sur leurs performances à court et long terme.

L'utilisation des résines époxyde a les avantages et les inconvénients suivants :

Avantages : Les résines époxydes possèdent une excellente adhérence sur les supports et notamment le béton. Outre des propriétés mécaniques élevées, elles ont aussi une résistance élevée à plusieurs agents chimiques comme les solvants, les agents de nettoyage agressifs. Les autres avantages de ces résines sont la moindre porosité comparée à celles des résines Polyesters ou Vinylesters et la bonne résistance à la fatigue. Les résines époxydes montrent également une bonne résistance thermique et une moindre sensibilité aux conditions d'application à faible humidité (De Hans et al, 2001).

Inconvénients : Les résines époxydes créent un fort phénomène exothermique lors du mélange de leurs composants. En outre, le contact avec ces résines provoque un risque d'allergie. Elles présentent également une forte sensibilité à l'humidité ambiante.

1.1.2. Fibres de renfort

1.1.2.1. Généralités

Les fibres d'un composite reprennent la majorité des efforts et garantissent la résistance et la rigidité du composite. Elles permettent également d'améliorer les propriétés physiques : comportement thermique, propriétés électriques, tenue au feu. En fonction des utilisations, les caractéristiques nécessaires pour le renfort sont des caractéristiques mécaniques élevées, une bonne compatibilité avec les résines et une bonne facilité de mise en œuvre, etc. Les paragraphes suivants considèrent seulement les fibres longues couramment utilisées pour les applications structurelles.

- ***Classification des fibres de renfort suivant les origines synthétisées***

Les renforts peuvent avoir des origines diverses: fibres naturelles, fibres artificielles, fibres synthétiques (Figure 5). Les fibres naturelles végétales sont extraites de plantes, par exemple, le lin ou le jute. En revanche, les fibres synthétiques comme le carbone ou le verre sont synthétisées à partir de ressources fossiles. Certaines fibres peuvent être nuisibles pour la santé de l'homme ou pour l'environnement lors de leur fabrication, par leur nature intrinsèque (par exemple, risques d'allergies et d'irritations de fibres d'acrylique) ou pendant leur décomposition en fin du cycle de vie.

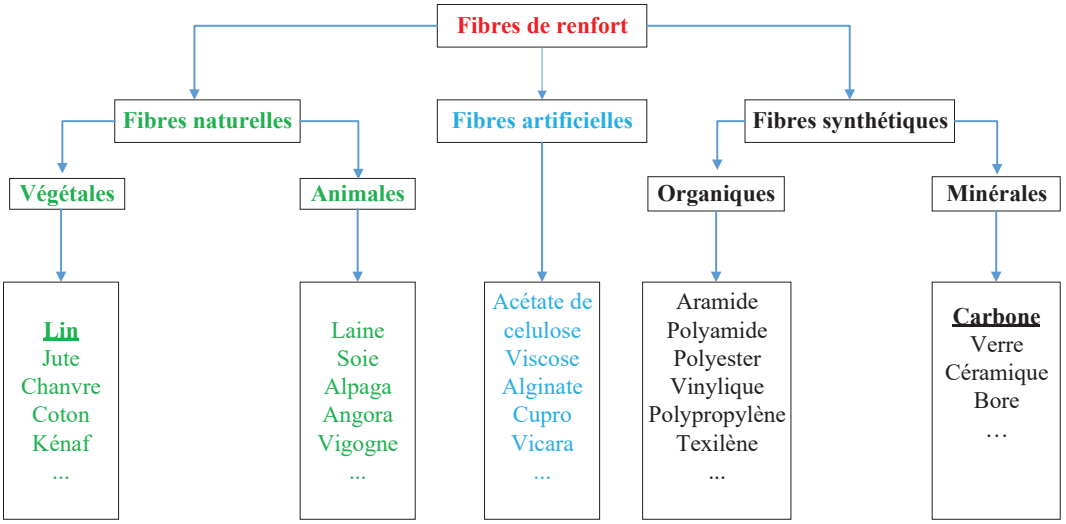


Figure 5 – Classification de fibres de renfort (Caramaro, 2006)

- ***Classification des fibres de renfort suivant les formes commerciales***

Les renforts fibreux se présentent sous diverses formes commerciales: la forme linéique (fils, mèches, etc.), la forme de tissus surfaciques (tissus simples, mats, etc.), la forme multidirectionnelle (tresses, tissus complexes, etc.). Pour le renforcement extérieur des ouvrages, la forme surfacique est préférée en raison de sa flexibilité et de sa facilité de mise en œuvre. Les tissus sont réalisés par le tissage de fils ou de mèches selon les deux directions du plan : les fils de chaîne s'orientent suivant la longueur du tissu et ceux de trame croisent les fils de chaînes. Il existe de nombreux motifs de tissu et le rapport entre le nombre de chaînes et le nombre de trames joue un rôle important dans la réponse du composite selon la direction de sollicitation.

La Figure 6 présente quelques motifs de tissus surfaciques courants dans la production industrielle de fibres de renfort. L'armure sergé et l'armure unidirectionnelle sont souvent choisies pour fabriquer les plaques de composite. La réponse mécanique du composite dépend de l'orientation de la sollicitation par rapport aux fils de chaîne (Berthelot, 2012).

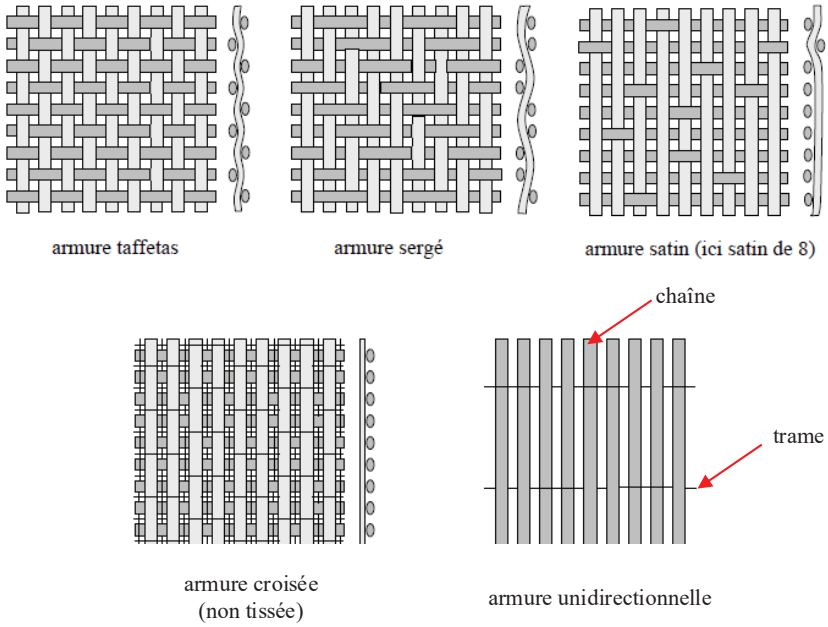


Figure 6 – Différents types d'armures pour le tissage des tissus (Berthelot, 2012)

On s'intéresse dans cette étude plus particulièrement aux tissus à base de fibre de carbone ou de lin pouvant être utilisés dans le domaine de la réparation externe ou la réhabilitation des ouvrages.

1.1.2.2. Fibre de renfort de carbone

- ***Propriétés mécaniques***

Grâce à la liaison forte entre atomes carbone dans la structure cristalline (Berthelot, 2012), la fibre de carbone a un module plus élevé, et un allongement à la rupture plus faible par rapport aux autres fibres synthétiques (Figure 7).

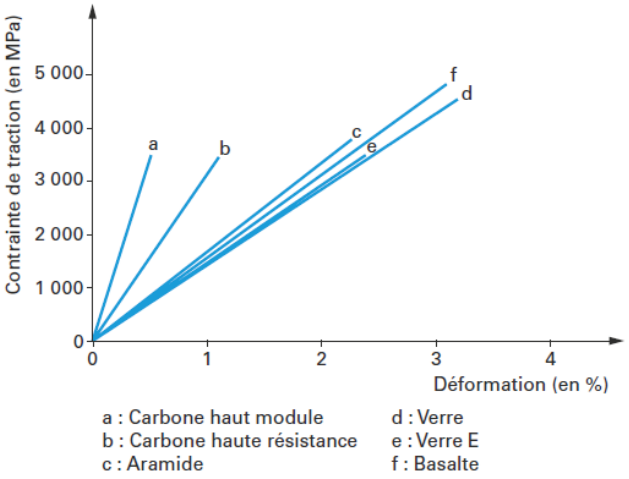


Figure 7 – Comportements mécaniques de différentes fibres synthétiques (Hamelin, 2010)

Le comportement de fil ou de mèche de carbone est purement linéaire (Hamelin, 2010; Naito, 2009; Dong et al,2019). Il existe principalement trois types de fibres de carbone sur le marché commercial : fibres de carbone à Haute Résistance (HR), fibres de carbone à Haut Module (HM) ou Très Haut Module (THM) et fibres à module intermédiaire (IM). Le Performances mécaniques **des fibres de renfort et des PRFCs**

Tableau 52 (Annexe 2) présente les performances mécaniques de fibres de carbone selon les fournisseurs.

- ***Propriétés physico-chimiques***

En raison de leur structure cristalline formée à très haute température (2000-3000ºC), les fibres de carbone résistent très bien à l'eau, aux bases et aux solvants. Elles ont un diamètre environ de 5-7 µm et une densité approximative à 1,8 g/cm^3 (Chaabani, 2018). La température maximale d'utilisation des fibres de carbone en atmosphère oxydante est de 300 à 400°C tandis que la température maximale en atmosphère neutre est de 1500ºC. Les fibres de carbone sont appropriées pour le renforcement des ouvrages en génie civil (Jumaat et al, 2011) (Gudonis et al, 2013). Leurs avantages et inconvénients sont résumés dans le Tableau 2.

Tableau 2 –Les avantages et les inconvénients des fibres de carbone (Chaabani, 2018)

Avantages	Inconvénients
Légèreté	Coût de fabrication élevé
Haute performance	Tenue faible au choc et à l'abrasion
Grande résistance à la fatigue	Bobinage difficile
Stabilité thermique	
Transparence aux rayons X	
Résistance et rigidité élevées	
Faible dilation thermique	

Les fibres de carbone sont difficiles à décomposer en fin de vie et leur processus de fabrication crée de nombreuses émissions toxiques. Des alternatives à cette fibre sont donc recherchées, et les fibres végétales sont l'une des solutions envisagées.

1.1.2.3. Fibres de renfort de lin

L'utilisation des fibres naturelles pour remplacer partiellement les fibres synthétiques a été développée depuis les années 1990. Généralement, les fibres naturelles peuvent être synthétisées à partir de fruits, de feuilles et de tiges (Figure 8).

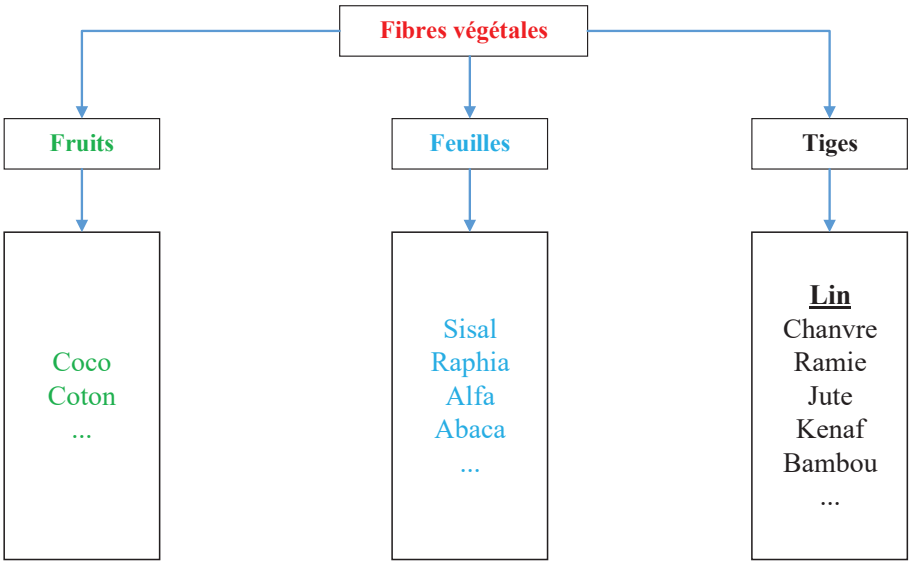


Figure 8 – Famille des fibres végétales (Baley, 2004)

Le lin possède la particularité d'être une fibre longue en comparaison d'autres fibres courtes (coton, chanvre) ou moyennes (laine). C'est la raison pour laquelle, les lins sont non seulement utilisés dans les vêtements, les cordes mais aussi permettent de faire des tissus ou

des charges isolantes pour les matériaux de construction. Le Tableau 54 (Annexe 2) présente les propriétés mécaniques de fibres naturelles couramment utilisées dans les composites. Les fibres naturelles ont des propriétés mécaniques plus variables que les fibres de carbone. Cette variabilité peut être expliquée par la nature différente de la tige des fibres naturelles dans chaque zone cultivée et par les traitements différents de chaque usine. Le point intéressant de fibres naturelles est leur recyclabilité. Les avantages et les inconvénients de fibres naturelles sont résumés dans le tableau ci-dessous.

Tableau 3 –Les avantages et les inconvénients des fibres naturelles (CARMA, 2006)

Avantages	Inconvénients
Faible coût	Absorption d'eau
Biodégradabilité	Faible stabilité dimensionnelle
Neutre pour émission de CO_2	Faible tenue thermique (200-300°C max)
Pas de résidu après incinération	Variation de qualité en fonction du lieu de croissance, de la météo
Ressources renouvelables	Demande la gestion d'un stock pour applications industrielles
Demande peu d'énergie pour être produite	Risque d'allergie
Propriétés mécaniques spécifiques importantes (rapport entre les résistance et rigidité avec la masse volumique)	
Bonne isolation thermique et acoustique	
Non abrasif pour les outillages	

- ***Structure de la fibre de lin***

La microstructure de la fibre de lin est constituée de deux parois cellulaires disposées en cylindres concentriques (Figure 9). La fibre de lin est constituée de fibrilles de cellulose hautement cristallines enroulées en spirale dans une matrice d'hémicellulose et de lignine , donc elle peut être considérée comme un matériau composite (Baley, 2002). La séquence de couches dans le cas des fibres de lin constitue la première paroi (0,1-0,5 µm) suivie par la deuxième paroi représentant 80% de la section fibre. La deuxième paroi est structurée par trois couches : S1 (0,5-0,2 µm), S2 (5-10 µm), S3 (0,1-0,5 µm). Le lumen (S3) comprend une cavité au centre de la fibre. La couche S2 est constituée de micro fibrilles hautement cristallisées incorporées dans une matrice polysaccharidique amorphe (pectines et hémicelluloses). Le module de la Cellulose (couche S2) est assez élevé et estimé à 130 à 170 GPa (de Pedro, 2010), (Baley, 2013). Cette couche contrôle les propriétés mécaniques de l'ensemble de la fibre du lin (Burget, 2006).

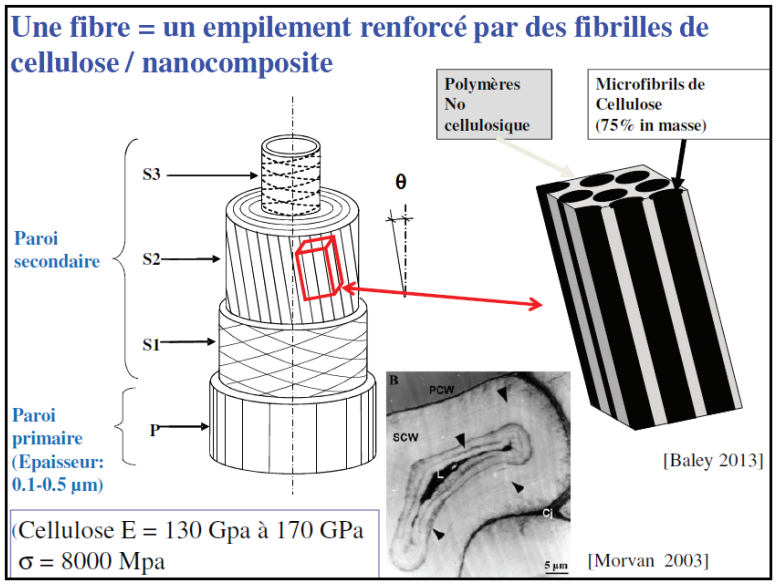


Figure 9 – Microstructure d'une fibre de lin (Baley, 2002)

La fibre du lin est une fibre d'origine végétale qui se compose de : cellulose, hémicellulose, lignine et pectine (Tableau 4). A l'échelle microscopique, une fibre de lin peut être considérée comme un matériau composite constitué d'une matrice d'hémicellulose et de lignine et d'un renfort de cellulose. La structure chimique de la cellulose est composée de groupements hydroxyles des glucoses ayant un caractère hydrophile (Yan et al, 2014). L'hémicellulose contenant de nombreux groupes acétyles et hydroxyles, est sensible aux bases et acides et soluble dans l'eau. Par ailleurs, la lignine formée de polyphénols complexes rigides n'est pas soluble dans des solvants mais elle transporte de l'eau dans la plante de lin. La pectine composant des groupements hétéro-polysaccharide est responsable de la flexibilité de la plante de lin (Azwa et al, 2013).

Tableau 4 –Compositions d'une fibre de lin

Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Pectine (%)	Lignine (%)	Eau et Cires (%)	Référence
65-75	11-17	2-3	2-3	4-5	Baley 2013
64,1	16,7	1,8	2	15,4	Batra 1998
67	11		2		Lilholt 1999
73,8	13,7		2,9	7 ,9	Khalil 2000
64-74	10-20	2	2	8-10	de Pedro 2010

- ***Propriétés physico- chimiques***

Une caractéristique importante de la fibre de lin est sa prise en eau. Le composant des groupements hydroxyles des glucoses permet de créer des liaisons avec les molécules d'eau. En effet, l'hémicellulose et la pectine sont considérées comme les principaux responsables de l'absorption d'eau. Scida et al (2013) ont confirmé que l'hémicellulose est soluble dans l'eau à température modérée. La prise de masse d'eau est environ de 7% (Baley, 2013), (Brouwer, 2011). Les fibres de lin sont considérées comme de bons isolants thermiques et acoustiques.

- ***Propriétés mécaniques des fibres de lin***

L'angle des fibrilles est orienté de 10° avec l'axe de la fibre de lin et cette caractéristique structurale influence le comportement mécanique du lin. Plus l'angle micro fibrillaire sera faible, plus la rigidité et la résistance de la fibre seront élevées. Lau et al (2018) ont fait des

comparaisons entre l'angle des microfibres et le module en traction de fibres naturelles. L'angle des fibres de lin varie de 9° à 13° et leur module en traction est comparable au module de fibres de chanvre et de jute et proche de celui des fibres de verre ou d'aluminium.

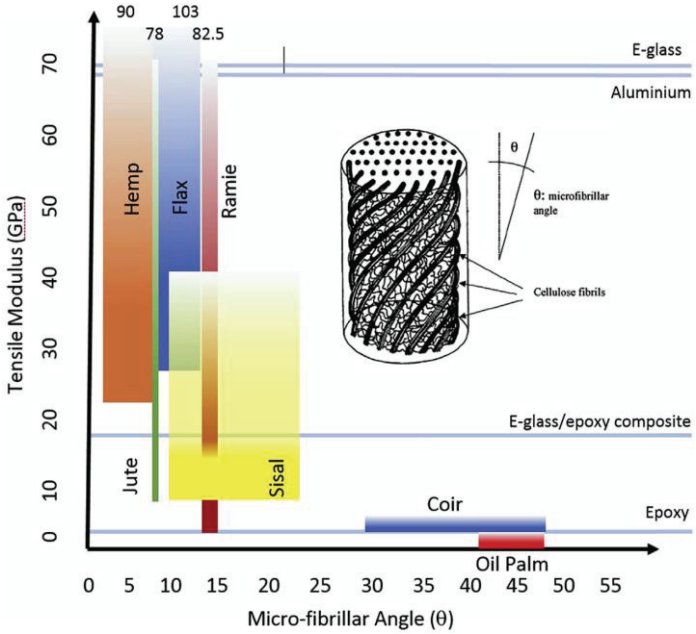
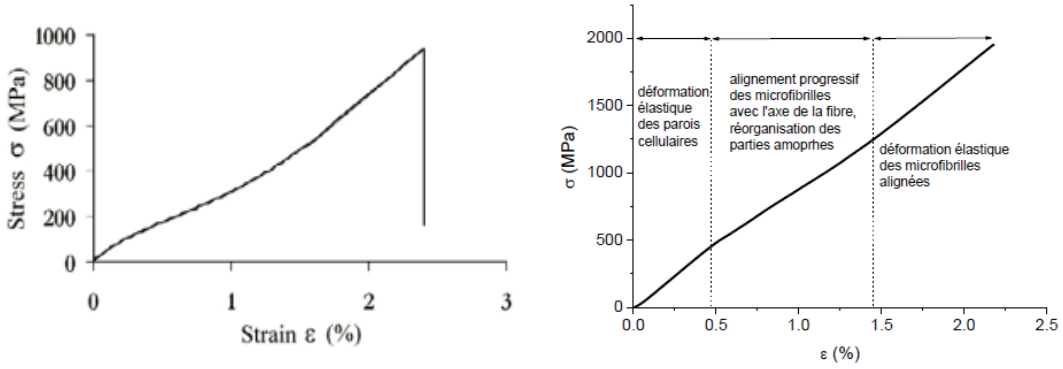


Figure 10 – Influence de l'angle de micro fibrilles sur les modules de fibres (Lau et al, 2018)

Des chercheurs ont trouvé que la fibre du lin ne suit pas une loi élastique linéaire (Charlet et al, 2009), (Thuault, 2011), (Baley et al, 2012). Baley et al (2012) proposent que la réorientation suivant l'axe de sollicitation des fibrilles et le glissement interne entre les fibrilles gouvernent le comportement des fibres de lin. Selon la Figure 11a, la courbe de la contrainte – déformation peut être décomposée en trois parties : la première partie linéaire correspondant à des déformations de 0 à 0,5%, la deuxième partie non linéaire de 0,5 à 1,5 % et la troisième partie linéaire de 1,5% jusqu'à la rupture de la fibre (Charlet et al, 2009). Dans la recherche du Thuault (2011), la courbe de la contrainte – déformation de la fibre de lin est constituée de deux parties linéaires séparées par une partie intermédiaire non –linéaire (Figure 11b).



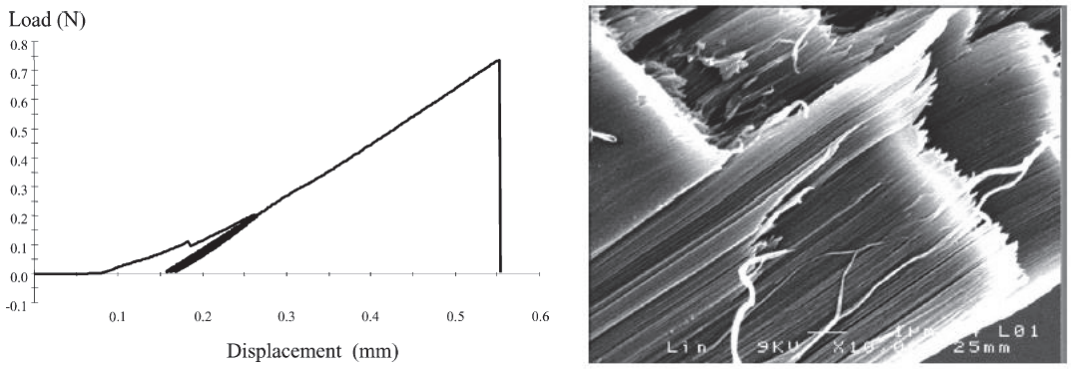
(a) *(b)*

Figure 11 – Courbe de la contrainte – déformation de la fibre du lin : (a) Traction simple de fibres élémentaires (Charlet et al, 2009) (b) Traction monotone de la fibre de lin (Thuault, 2011)

Le comportement non linéaire de la fibre de lin peut s'expliquer par la microstructure des fibres. Tout d'abord, la première partie linéaire de courbe peut être associée à un chargement global de la fibre, et la déformation de chaque paroi cellulaire. Ensuite, la deuxième partie non linéaire de la courbe est associée à une déformation élasto-visco-plastique de la fibre, en particulier de la paroi cellulaire la plus épaisse (S2). Ce phénomène de déformation élasto-

visco-plastique peut être expliqué probablement par le résultat de la réorganisation des parties amorphes de la paroi (principalement constituées de pectines et d'hémicelluloses). Les microfibrilles cellulosiques sont alignées suivant la direction de l'axe des fibres. Enfin, la partie linéaire finale correspond à la réponse élastique des microfibrilles alignées à la contrainte de traction appliquée (Charlet et al, 2009) (Yan et al, 2014). La théorie de la réorganisation de microfibrilles de cellulose peut être confirmée par des cycles de charge/ décharge à faibles niveaux d'efforts (Baley, 2002). Après un cycle de charge-décharge, la partie non –linéaire a disparu dans la courbe de force –déplacement de la fibre de lin (Figure 12a). En principe, la réorganisation des microfibrilles de cellulose s'est produite lors de la phase de première charge. La courbe de force–déplacement à partir du deuxième chargement est relativement linéaire jusqu'à la rupture des fibres de lin (Figure 12b).

Grâce au traitement chimique par silane, les propriétés mécaniques de la fibre de lin peuvent être améliorées mais le comportement reste non linéaire (Figure 220-Annexe 2) (Alix et al, 2009). Par ailleurs, le traitement à haute température ne modifie pas le comportement non linéaire de la fibre de lin (Baley et al, 2012).



(a) *(b)*

Figure 12 – Essai en traction de la fibre de lin sous un cycle de charge et suivi d'une décharge (Baley, 2002): (a) Courbe de contrainte - déformation (b) Microfibrilles de cellulose alignées à l'axe de traction

Le Tableau 5 fait une synthèse des caractéristiques mécaniques en traction des fibres de lin en se basant sur les avis techniques de différents fournisseurs.

Tableau 5 –Propriétés mécaniques moyennes en traction de différentes fibres de lin.

Variété de lin	**Diamètre (µm)**	**Module de Young (GPa)**	**Résistance en traction (MPa)**	**Elongation à la rupture (%)**	**Référence**
Hivernal **Alaska** **Everest**	13 ± 3 16 ± 4 21 ± 7	72 ± 23 50 ± 3 48 ± 20	1111 ± 544 733 ± 271 863 ± 447	1,7 ± 0,6 1,7 ± 0,6 2,1 ± 0,8	(Pillin et al, 2011)
Hermès **Agatha**	19 ± 6 21 ± 6	68 ± 36 57 ± 29	1454 ± 835 865 ± 413	2,3 ± 0,6 1,8 ± 0,7	(Charlet *et al,* 2009)
Hermès	84 ± 20	30 ± 11	300 ± 100	1,1 ± 4,4	(Alix *et al.* 2009)
Ariane	24 ± 0,7	51 ± 12	1317 ± 529	3,3 ± 0,7	(Baley *et al,* 2012)
Hermes **Andrea** **Marylin**	18 ± 4 18 ± 4 14 ± 3	49 ± 12 48 ± 14 57 ± 16	1066 ± 342 841 ± 300 1135 ± 495	2,8 ± 0,8 2,2 ± 0,8 2,1 ± 0,6	(Coroller et al, 2013)

1.1.3. Composites

Après avoir considéré distinctement les caractéristiques des matrices et des fibres de renfort, ce paragraphe présente les performances des matériaux composites.

Les fibres de renfort, les matrices et l'interface fibre /matrice sont les facteurs importants déterminant les propriétés des composites. La première partie de ce paragraphe aborde les théories d'adhésion et le comportement de l'interface fibre /matrice. Ensuite les parties suivantes l'état de l'art sur les composites à base de fibres de carbone et de lin.

1.1.3.1. Théories d'adhésion

Schindel et Bidinelli (1999) ont résumé les principaux mécanismes d'adhésion d'un adhésif sur un substrat et les décompose selon trois aspects : une adhésion mécanique, une adhésion physique et une adhésion chimique.

- ***Adhésion mécanique***

McBain and Hopkins propose en 1925 que l'adhésion résulte essentiellement d'un ancrage mécanique des matériaux mis en contact. La pénétration de la résine dans les porosités et les aspérités de la surface du béton permet d'augmenter les points d'ancrage après solidification de l'adhésif. Ainsi, l'augmentation de l'aire de contact effective accroît l'adhésion. Monternot (1978) a étudié l'influence des différentes rugosités des substrats sur l'ancrage mécanique (Figure 13). Il a conclu qu'une faible rugosité ou une rugosité importante ne forment pas un ancrage efficace. Une surface trop lisse ne crée pas suffisamment d'aire de contact effective tandis qu'une rugosité trop importante laisse des cavités vides si le mouillage par la colle ne suffit pas, piégeant ainsi des bulles d'air dans les porosités. Il existe donc une rugosité optimale des substrats.

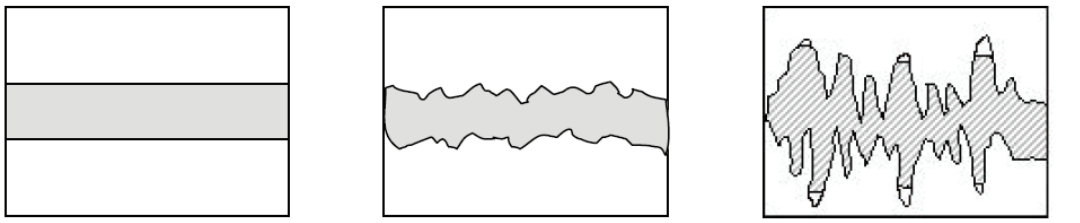


Figure 13 – Influence de la rugosité des substrats sur l'ancrage mécanique (Monternot, 1978)

- ***Adhésions physiques***

- *Forces électrostatiques*

En observant les émissions d'électrons rapides lors de la fracture d'un cristal ou de la rupture d'un contact, le modèle physique de forces électrostatiques a été développé par Derjaguin et Krotova (1948) et a été repris par Skinner et al (1953). Il y a transfert de charges et réajustement des niveaux de Fermi au cours du contact entre deux matériaux de propriétés électriques différentes. Ce transfert assimilable aux deux plaques d'un condensateur plan provoque l'apparition d'une double couche électrique à l'interface. Ce modèle est approprié aux systèmes verre/polymère ou métal/polymère entre autres (Bruneaux, 2004).

- *Forces de faible cohésion*

Dans le cas d'une forte cohésion de l'assemblage, la rupture n'existe généralement pas à l'interface, mais dans une couche voisine de faible cohésion. Bikerman (1967) a proposé la théorie de l'existence d'une interphase d'épaisseur finie entre les deux matériaux (Figure 14).

Cette couche de faible cohésion est formée par la présence d'imperfections provenant de la mise en œuvre (bulles d'air, …) et la discontinuité entre les phases. Elle constitue une zone de transition et présente des gradients de propriétés et de structure. Cette théorie se place à une échelle très fine parce qu'elle décrit l'interface en termes d'interactions moléculaires.

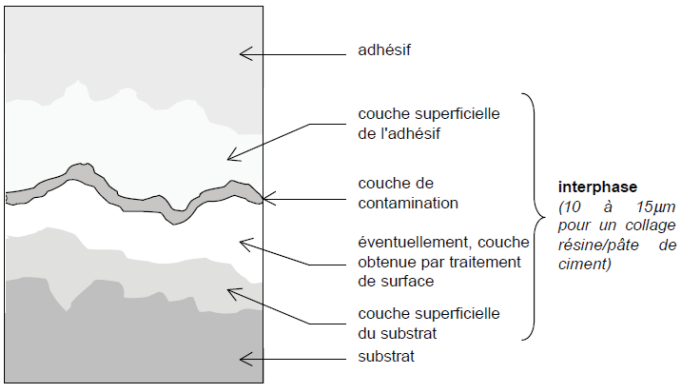


Figure 14 – Modèle de faible cohésion (Bikerman,1967)

- ***Adhésion chimique***

L'adhésion entre un adhésif et un substrat met en jeu des liaisons covalentes ou ioniques lors de réactions chimiques entre l'adhésif et les fibres ou le substrat. Awaja et al (2009) suggèrent l'existence des chaînes de pontage moléculaire lors d'un contact entre deux solides. Pour l'adhésion chimique fibre/matrice, les groupes chimiques des fibres (groupe silane de fibres de verre, groupe de carbone de fibres de carbone…) réagissent avec des groupes compatibles de matrices (par exemple de groupes hydroxyles de prépolymère époxyde) pour former des liaisons covalentes (Nardin, 2006) (Figure 15a). Dans le cas de l'adhérence composite/béton, l'adhésion chimique comprend les liaisons covalentes entre les molécules minérales de granulats et du ciment avec le durcisseur aminé et la résine de la colle (Sasse et Fiebrich, 1983), (Benzarti et Chehimi, 2006). Les liaisons covalentes entre la pâte du ciment avec les durcisseurs aminés sont plus fortes que celles entre la pâte du ciment avec le prépolymère époxyde (Djouani et al, 2011) (Figure 15b).

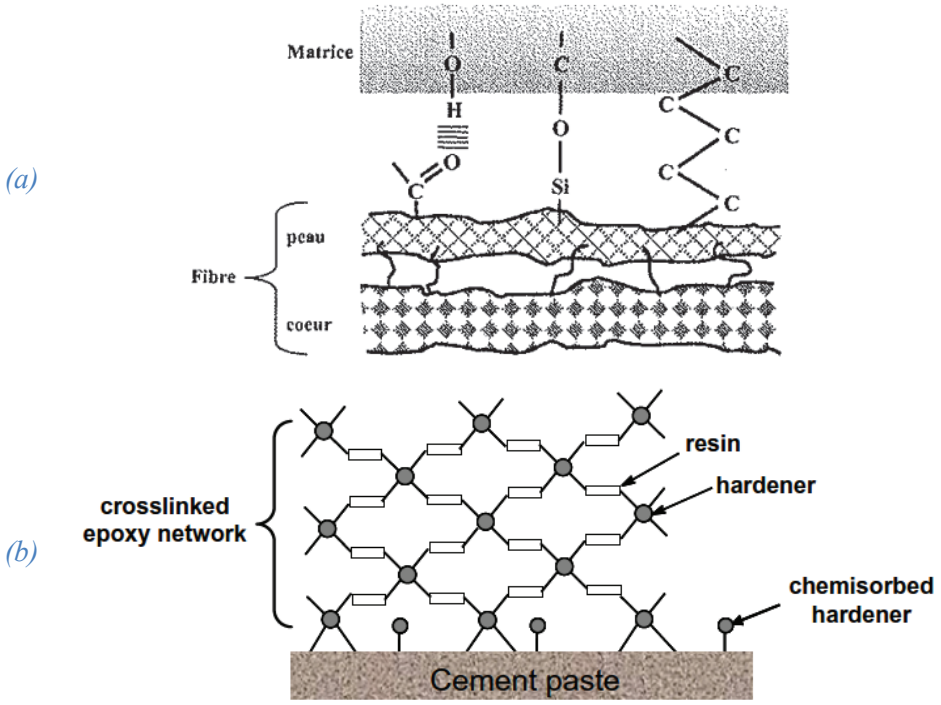


Figure 15 – (a)Adhésion chimique entre la résine époxyde et des fibres (Nardin, 2006) (b)Adhésion chimique entre la résine époxyde et le ciment (Djouani et al, 2011)

1.1.3.2. Interface fibre/matrice

Sethi et Ray (2015) ont constaté qu'il existe une région intermédiaire entre la matrice et la fibre de renfort correspondant à une zone d'interpénétration de la matrice et de la fibre. Les propriétés physico-chimiques et mécaniques de cette région intermédiaire sont différentes par rapport à celles de la fibre et de la matrice seule (Herrera-Franco et Drzal, 1992) (Figure 16). La zone intermédiaire est une zone critique où la pénétration de l'eau est facile (Herrera-Franco et Drzal, 1992). Sethi and Ray (2015) ont montré que la température de l'environnement influence la zone intermédiaire en raison des coefficients de dilatation thermique différents de la fibre et de la matrice.

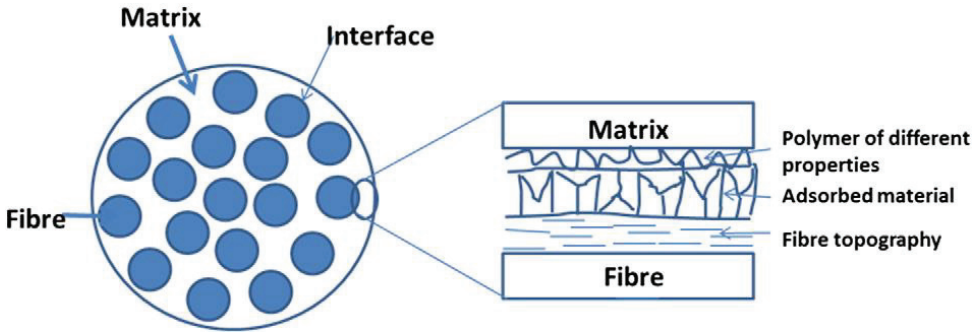


Figure 16 – Interface fibre/matrice d'un composite (Sethi et Ray, 2015)

1.1.3.3. Comportement en traction des composites

- ***Modes de rupture***

La rupture d'un composite unidirectionnel résulte de nombreux mécanismes d'endommagement élémentaires : la fissuration transversale de la matrice (Figure 17a), la fissuration longitudinale de la matrice (Figure 17b), le décollement fibre/matrice (Figure 17c) et la rupture de fibres (Figure 17d). Généralement, il n'existe pas seulement un mode d'endommagement, mais divers endommagements coexistent. La nature des matériaux et les

conditions de sollicitations mécaniques imposées influencent le développement de ces mécanismes.

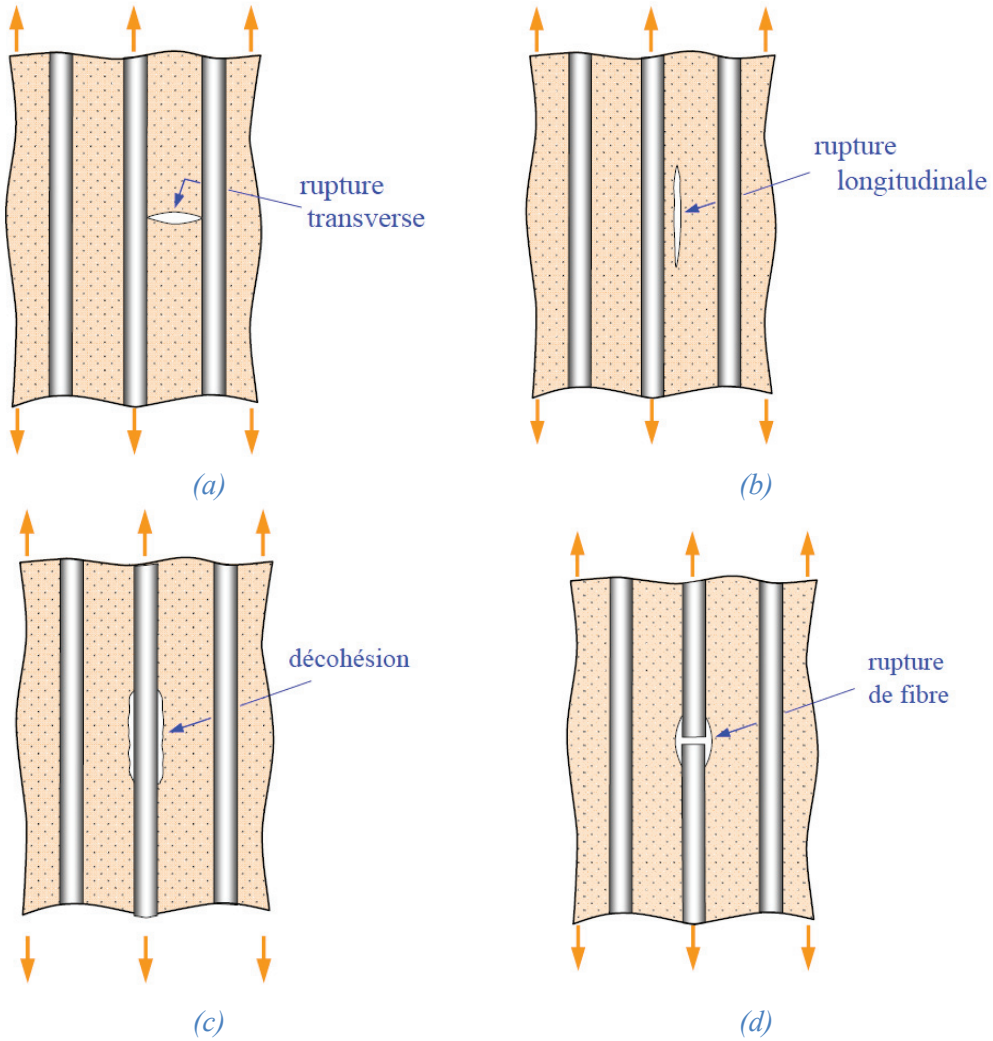


Figure 17 – Mécanisme d'endommagement élémentaire d'un composite unidirectionnel (Berthelot, 2012)

La propagation de l'endommagement dans un composite dépend de la nature de l'interface fibre/matrice. Pour un composite possédant une adhérence fibre/matrice élevée, l'endommagement initial peut être une fissuration matricielle ou la rupture des fibres. Les concentrations de contraintes au front de fissure conduisent à la propagation de la fissure successivement dans les fibres et dans la matrice (Figure 18a). Cette rupture est considérée comme une rupture fragile. De plus, la section de rupture est transversale sur toute largeur du composite.

En revanche, dans le cas d'une faible adhérence fibre-matrice, la rupture de la matrice en tête de fissure traverse les fibres avec décollement de l'interface fibre/ matrice. Les fibres pontant la fissure sont alors soumises à des contraintes élevées pouvant entraîner leur rupture. Le faciès montre alors des fibres brisées, déchaussées de la matrice (Figure 18b) (Berthelot, 2012).

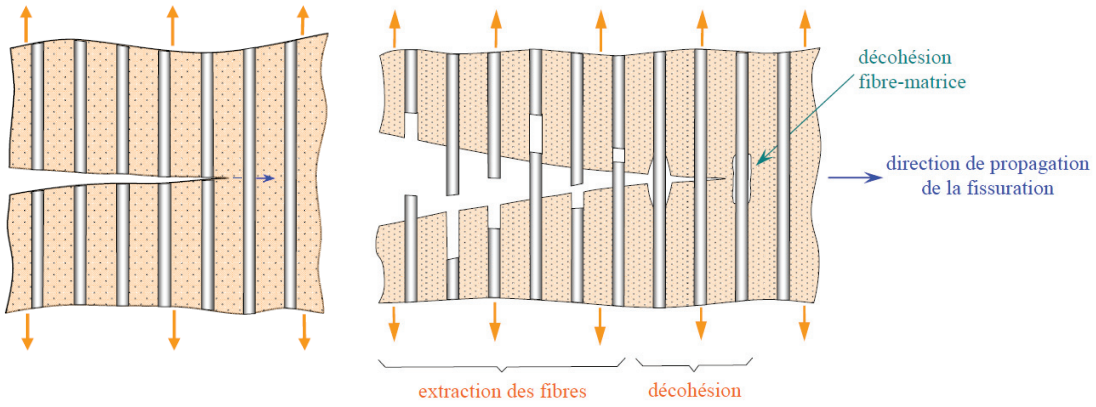


Figure 18 – Propagation de la rupture d'un composite : (a) forte adhérence fibre/matrice (b) faible adhérence fibre/matrice (Berthelot, 2012)

- ***Micromécanique des composites***

Selon le bulletin de la Fédération Internationale du Béton (fib Bulletin No. 14, 2001), les propriétés mécaniques des matériaux composites avec l'hypothèse d'une déformation uniforme et identique dans la fibre et dans la matrice peuvent être estimées de la façon suivante :

$$E_c = E_f V_f + E_m V_m \tag{1.1}$$

$$f_c = f_f \left[V_f + \frac{E_m}{E_f}(1 - V_f) \right] \tag{1.2}$$

$$V_f + V_m = 1 \tag{1.3}$$

Où :

- *E_c est le module d'Young du matériau composite dans la direction des fibres,*
- *E_f le module d'Young des fibres,*
- *E_m le module d'Young de la matrice,*
- *V_m la fraction volumique de la matrice,*
- *V_f la fraction volumique des fibres,*
- *f_c la résistance théorique du composite*
- *f_f la résistance des fibres dans la direction longitudinale.*

La résistance et le module d'Young des fibres sont plus importants que ceux de la matrice, le comportement mécanique des matériaux composites est donc contrôlé par les propriétés mécaniques des fibres et la quantité de fibres (fraction volumique). Dans le cas des matériaux composites utilisés pour le renforcement en génie civil, les fibres de renfort ont généralement un allongement inférieur à celui de la matrice pour utiliser la résistance ultime de fibres.

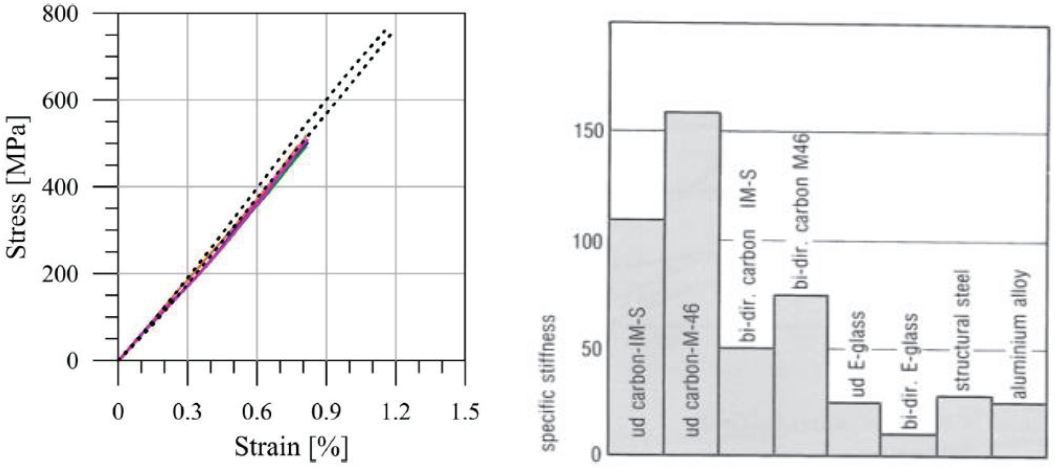
Le calcul de la résistance d'un composite pose le problème de sa section car l'épaisseur du composite est variable. Les propriétés mécaniques des lamelles de composite préfabriquées sont fournies par le fabricant sur la base du calcul de la surface en coupe transversale totale. Dans le cas d'un composite stratifié au contact, l'épaisseur finale du composite et la fraction volumique des fibres sont incertaines et variables. L'American Concrete Institute (ACI-440.2R-08. 2008) recommande alors l'utilisation de l'épaisseur nette, définie comme l'épaisseur des fibres sèches seules, pour calculer les propriétés des composites stratifiés au contact. Cette méthode permet de s'affranchir des variations de l'épaisseur finale et de la fraction volumique

des fibres des composites stratifiés au contact. Son inconvénient réside dans les différences d'approche des fabricants pour déterminer l'épaisseur nette des fibres conduisant à des comparaisons difficiles des propriétés nettes des matériaux composites. Pour une comparaison plus objective des propriétés mécaniques, l'effort de traction et la rigidité par unité de largeur sont généralement considérés. Ces calculs ne dépendent pas de l'épaisseur des éprouvettes donc les propriétés mécaniques des matériaux composites peuvent être comparées entre les fabricants.

1.1.3.4. Comportement mécanique des composites à matrice Polymère, Renforcée par des Fibres de Carbone (PRFC)

Les composites à matrice Polymère, Renforcée par des Fibres de Carbone (PRFC) ont un comportement élastique.

Carvelli et al (2017) ont fait des tests de traction simple sur un PRFC à base d'une matrice de polysulfure de phénylène et de 6 plis de textile de carbone bidirectionnel $[(0,90)]_3$ disposés dans deux directions 0° et 90°. Ce PRFC bidirectionnel a présenté un comportement linéaire jusqu'à sa rupture (Figure 19a). Le comportement linéaire est aussi confirmé par Drapier (2019) et les rigidités de PRFC unidirectionnel sont plus faibles que celles de PRFC bidirectionnel (Figure 19b).



(a) *(b)*

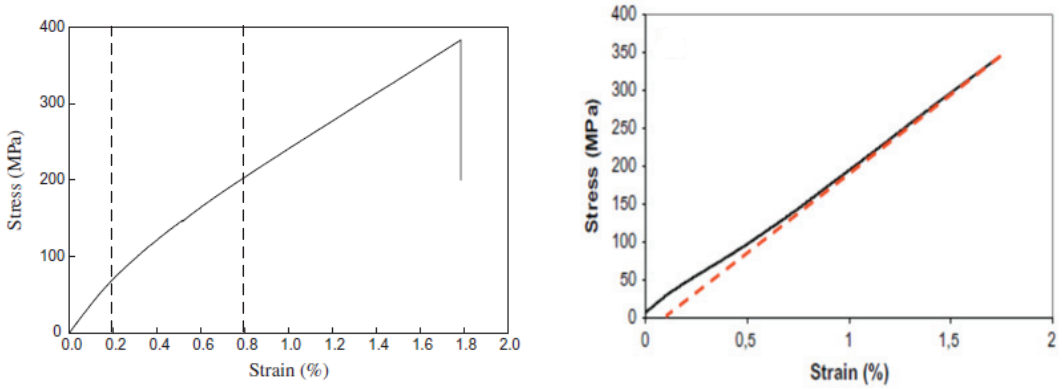
Figure 19 – (a) Comportement en traction simple d'un PRFC bidirectionnel (ligne pointillée jusqu'à rupture, ligne continue jusqu'à 70% de la résistance) (Carvelli et al, 2017) ; (b) Comparaison du module spécifique (rapport module/masse volumique du matériau) de unidirectionnel et bidirectionnel (Drapier, 2019)

Des propriétés mécaniques de PRFC produits par différents fournisseurs sont données en Annexe 2 (Tableau 53).

1.1.3.5. Comportement mécanique des composites à matrice Polymère, Renforcée par des Fibres de Lin (PRFL)

Dans le cadre de cette étude, seuls les composites à fibres de lin longues sont considérés. La Figure 20 présente la loi de comportement d'un PRFL en traction simple et met en évidence son caractère non linéaire. Sur la courbe contrainte-déformation (Figure 20a) , la partie initiale de la courbe est linéaire jusqu'à une déformation de 0,20%. Après cette première partie, on observe un coude dans les courbes correspondant à un changement de pente jusqu'à une déformation de 0,8%. Au-delà 0,8% de déformation, la courbe redevient linéaire jusqu'à la rupture (Assarar et al, 2011). Le comportement du PRFL peut être comparable à celui des fibres

de lin (figure 10) et le changement de pente après la première partie linéaire est lié à la réorientation des micro-fibrilles (Scida et al, 2013). Pour quantifier la rigidité des composites PRFL, Baley et al (2012) ont proposé de calculer la pente de la droite asymptote en fin de courbe (Figure 20b).



(a) *(b)*

Figure 20 – Comportement non linéaire (a) (Assarar et al, 2011) et méthode de calcul du module pour des composites unidirectionnels (a) (Baley et al, 2012)

Dans la recherche de Bensadoun et al (2016), le coude de la courbe de contrainte – déformation à la fin de la partie linéaire initiale est identifié à la valeur de 0,1% de déformation. Bensadoun et al (2016) ont proposé de calculer deux modules distincts, E_1 entre 0 et 0,1% de déformation et E_2 entre 0,3 et 0,5% de déformation (Figure 21).

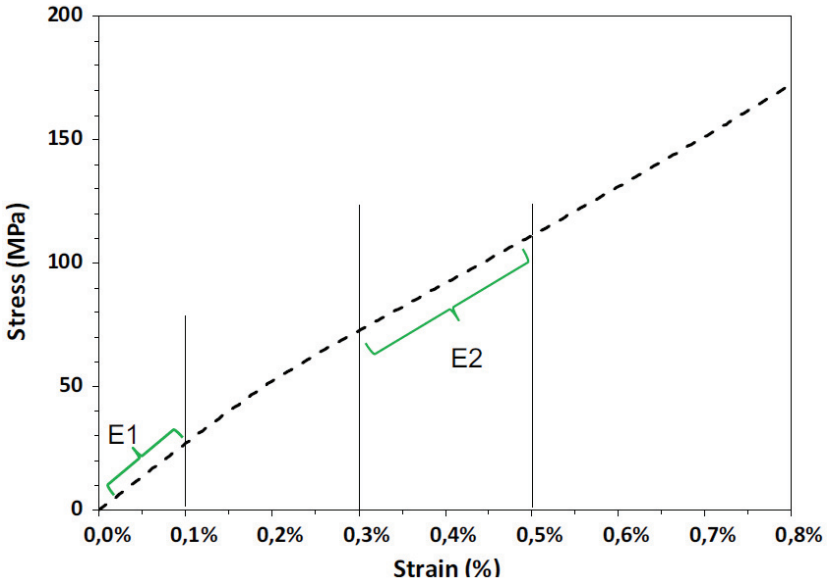


Figure 21 – Méthode de calcul de deux modules pour (Bensadoun et al, 2016)

1.1.4. Influence de l'état de la surface du béton sur l'adhérence composite/béton

1.1.4.1. Modes de sollicitation mécanique et modes de rupture de l'assemblage composite/béton

Dans le cas de l'assemblage composite/béton, le transfert de charges du béton vers les fibres de renfort du composite met en jeu le cisaillement de la couche d'adhésif ou de l'interface composite/béton. Les composites utilisés pour le renforcement extérieur des structures en béton subissent plusieurs types de sollicitation mécanique dans la zone de collage : la traction, le

cisaillement, le clivage et le pelage (Figure 22). Pour étudier l'assemblage composite/béton, les essais expérimentaux doivent s'approcher au mieux du mode de sollicitation mécanique des structures renforcées réelles pour obtenir des résultats fiables. En particulier, le test de l'arrachement composite/béton s'avère favorable à l'étude de la contrainte normale des joints collés tandis que l'essai de cisaillement à simple recouvrement ou l'essai de double cisaillement sont appropriés pour caractériser la contrainte en cisaillement des joints collés.

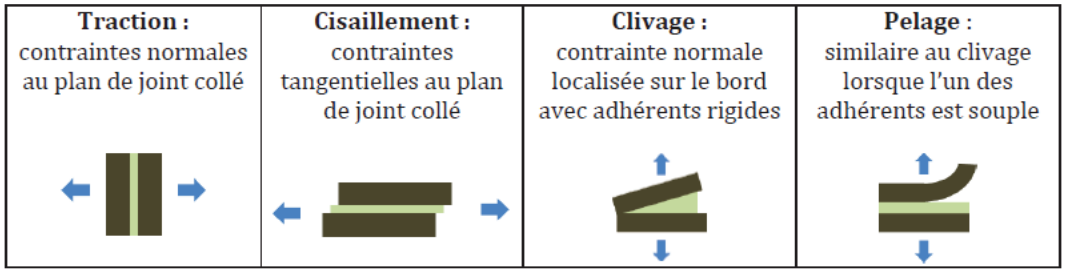


Figure 22 – Différents modes de sollicitation mécanique pour l'étude d'un joint collé (Chataigner et al, 2010)

Il existe plusieurs modes de rupture pour un assemblage composite/béton. A ce propos, les caractéristiques du composite, de l'interface composite/béton et de la surface du béton influencent le mode de rupture finale de l'assemblage composite/béton. Par exemple, une rupture cohésive dans le béton s'observe avec un substrat de faible qualité. Une rupture cohésive dans le composite apparaît avec des composites peu performants comparativement au substrat. Si la qualité des interphases entre la colle et le composite ou entre la colle et la surface du béton n'est pas bien adaptée, des ruptures adhésives colle/composite ou colle/béton se produisent éventuellement. Une faible qualité de la colle conduit à une rupture cohésive dans la colle et une rupture mixte dans la colle et le composite se forme dans le cas de faibles qualités de la colle et du composite (Figure 23).

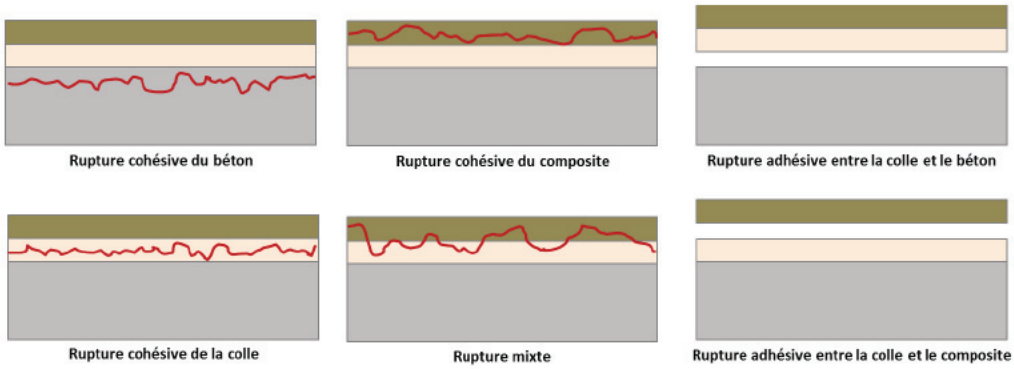


Figure 23 – Différents modes de rupture pour un assemblage composite/béton (Chataigner et al, 2010)

En résumé, ce paragraphe a synthétisé les paramètres caractéristiques de l'interface composite/béton ainsi que les modes de rupture pour un assemblage composite/béton. Le paragraphe suivant se focalise sur l'influence de l'état de la surface du béton sur l'adhérence composite/béton.

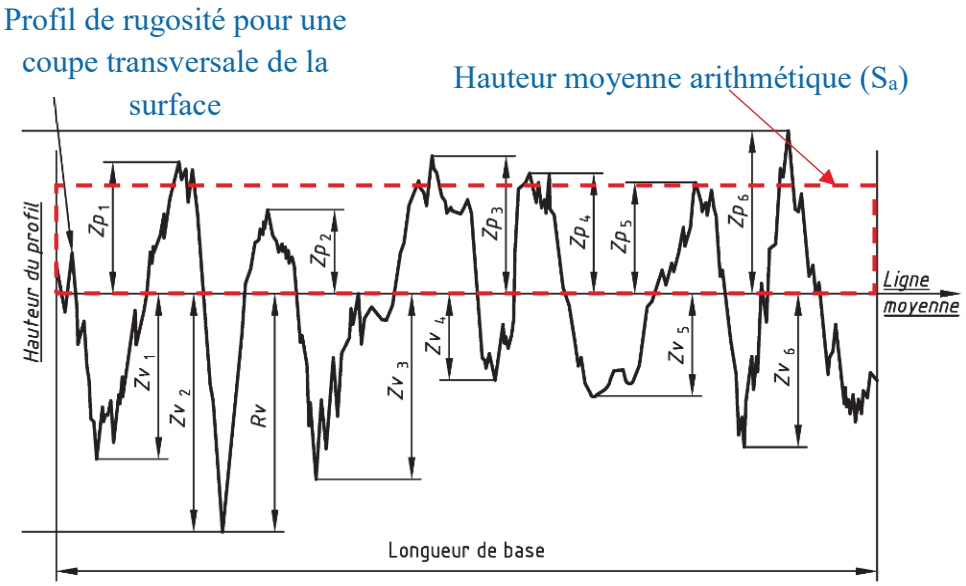
1.1.4.2. Influence de la rugosité du substrat sur l'adhésion composite/béton

La rugosité est un facteur important de l'adhésion mécanique pour l'adhérence composite/ béton. La Figure 24 présente un profil de rugosité pour une coupe transversale de la surface et les valeurs de la hauteur de saillie (Z_p) ou de la profondeur de creux (Z_v) sont mesurées grâce à différentes techniques (Tableau 57-Annexe 3). Chadfeau (2020) a synthétisé

plusieurs paramètres de rugosité d'une surface et la hauteur moyenne arithmétique (S_a) définie par norme NF EN ISO 25178-2 (2012) est un paramètre fondamental pour une surface de béton. Cette hauteur (S_a) est ensuite déterminée par l'équation *(1.4)*

$$S_a = \frac{1}{A}\iint_A |z(x,y)|dxdy \qquad (1.4)$$

où A est l'aire de la surface mesurée et x, y sont les coordonnées dans le plan des points de cette surface



Zp : hauteur de saillie du profil, Zv : profondeur de creux du profil

Figure 24- Définition de la rugosité sur une coupe transversale de la surface (NF EN ISO 25178-2, 2012)

Les surfaces du béton peuvent être classées en deux catégories : une microtexture de 0 (poli) à 0,2 mm (râpeux) et une macrotexture de 0,2 mm (râpeux) à 10 mm (grossier) (Liegeois, 2016).

Dans le cas du renforcement extérieur de structures en béton, la surface du béton doit être traitée en surface pour créer un certain degré de rugosité et éliminer les impuretés résiduelles. Les traitements mécaniques souvent utilisés sont les suivants : le surfaçage avec une scie diamantée ou une brosse métallique, le décapage par projection d'abrasifs (sable, oxyde dur, corindon) et le lavage par de l'eau à haute pression (Chaussadent et Clément, 2006).

Après traitement de la surface du béton par une brosse métallique, la Figure 25 montre la mesure du profil du substrat au moyen d'un micromètre de lecture numérique (Yin et Fan, 2018). Puis, la hauteur moyenne arithmétique (S_a) a été déterminée par l'essai à la tâche volumique. La rugosité relative du substrat est définie par le rapport entre S_a et la profondeur maximale. En utilisant l'essai de cisaillement à simple recouvrement, Yin et Fan (2018) ont confirmé qu'il existe une valeur optimale (0,44) de la rugosité relative de surface du béton permettant d'obtenir la plus grande valeur de résistance en cisaillement de l'interface béton/ composite à base de fibres de carbone et résine époxyde.

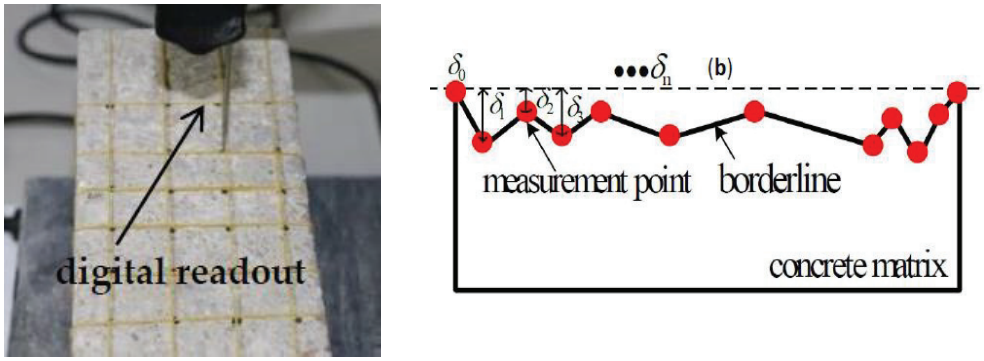
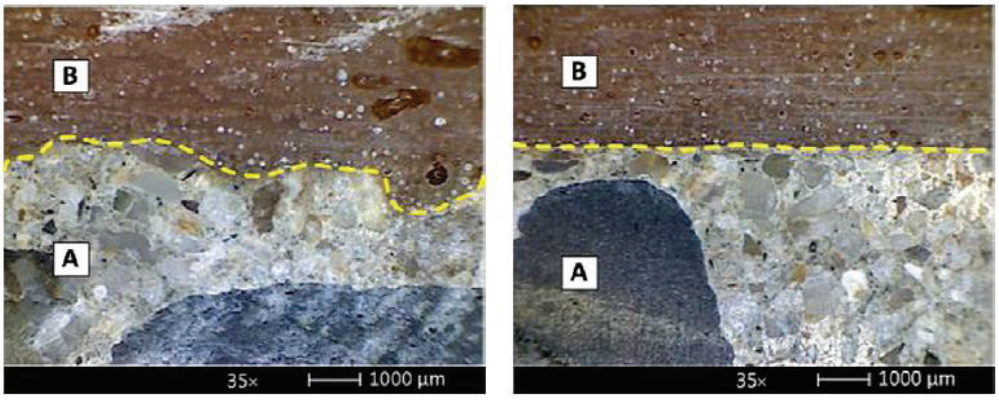


Figure 25 – Mesure de rugosité de la surface du béton (Yin et Fan, 2018)

Ha et al. (2013) ont appliqué l'essai d'arrachement composite/béton pour analyser les influences de deux types de traitements de surface du béton (l'abrasion par une brosse métallique et la projection d'eau et de sable) sur le comportement de l'interface entre un composite à base de fibres de verre et d'une résine époxyde et la surface du béton. La Figure 26a mettent en évidence un meilleur ancrage mécanique de la résine époxyde dans les cavités du béton dans le cas d'une projection de sable-eau comparativement à celui après abrasion par brosse métallique (Figure 26b). La résistance à l'arrachement composite/béton pour la projection de sable-eau est plus élevée par rapport à celle pour l'abrasion par brosse métallique (Figure 26c).



(a) SB-US-NP specimen (b) WB-US-NP specimen

(c)

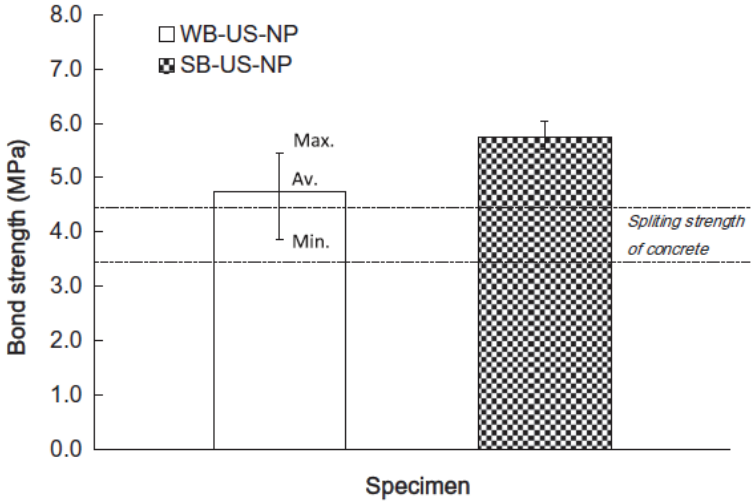


Figure 26 – Interface composite/béton (Ha et al. 2013) : (a) après prjection sable/eau (b) après abrasion par brosse métalique (c) résistance à l'arrachement

Aiello et Leone (2008) ont étudié les influences de l'état de surface du béton sur le comportement adhésif composite – béton. Deux cas ont été testés : sans et avec traitement de la surface du béton. Dans le cas sans traitement, la surface du béton a été seulement nettoyée à l'air comprimé. Dans le cas d'un traitement de la surface du béton, un papier abrasif a été utilisé après le nettoyage à l'air comprimé. L'essai de cisaillement à simple recouvrement et la flexion des poutres ayant une fissuration préalable en face inférieure ont été utilisés pour observer les évolutions du mode d'endommagement et la résistance en cisaillement composite/béton. Les auteurs ont observé une rupture adhésive dans le cas sans traitement et une rupture mixte adhésive/cohésive dans le béton pour les éprouvettes traitées. De plus, les résistances en cisaillement de l'interface composite/béton pour tous les composites testés sont significativement augmentées avec des surfaces préparées. Ces auteurs ont expliqué que les mauvaises propriétés de surface du béton dans le cas sans traitement réduisent la capacité de liaison composite/béton pour les échantillons non traités tandis que le traitement de la surface du béton par un papier abrasif améliore la capacité de liaison composite/béton.

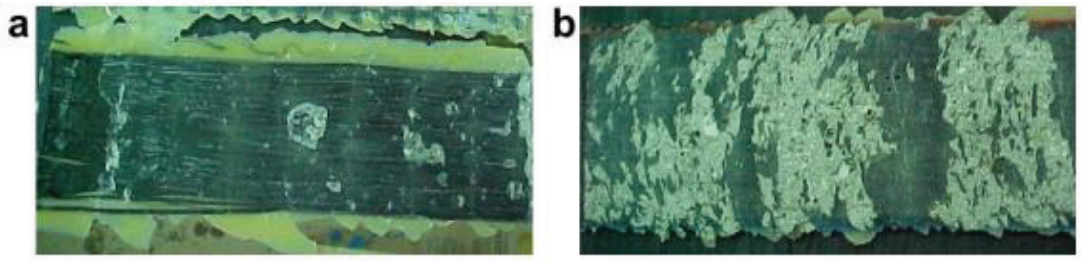


Figure 27 – PRFC après les essais : (a) rupture adhésive et (b) rupture mixte adhésive-cohésive dans le béton (Aiello and Leone, 2008)

Benzarti et al, (2011) ont utilisé deux méthodes de traitement de la surface du béton : le sablage et le surfaçage avec une scie diamantée. Comme on le verra en chapitre 2, les composites utilisés dans cette étude comprennent des lamelles préfabriquées renforcées de fibres de carbone et des composites stratifiés au contact renforcés de fibres de carbone unidirectionnelles avec différentes résines époxydes. Un test d'arrachement composite/béton et du cisaillement de l'interface composite/béton sont utilisés pour analyser les influences de la rugosité du substrat sur l'adhérence composite/béton. La méthode de sablage permet d'augmenter de 20% à 22% la résistance à l'arrachement composite/béton en comparaison de la méthode de surfaçage par disque diamant. La méthode du sable projeté crée plus de rugosité que le surfaçage. Cette recherche a confirmé que la rugosité de la surface du béton améliore l'ancrage mécanique de la résine époxyde dans les cavités du béton.

Soares et al (2019) ont utilisé les essais de cisaillement à simple recouvrement pour étudier les influences de différentes techniques de traitement de la surface du béton sur les comportements de l'interface composite à base de fibres de carbone/béton . Les substrats sont traités par deux méthodes : le surfaçage avec une scie diamantée (Grinding-GR) et le décapage par projection de sable (Sandblasting -SB). D'autre part, les profils longitudinaux des deux surfaces traitées sont mesurés par la technique du laser. La valeur moyenne de la rugosité des surfaces traitées est présentée sur la Figure 28a et la rugosité moyenne des substrats traités par le sablage est plus élevée que celle des substrats traités par le surfaçage . Malgré un même mode de rupture, cohésif dans le béton, pour les deux types de traitement, la hauteur du béton attaché au composite avec le traitement par sablage (2mm) est à peu près deux fois supérieure à celle avec le traitement par ponçage (1mm) (Figure 28b). Les résultats de Soares et al (2019) ont

montré que la résistance en cisaillement augmente de 14% à 27% pour les traitements par sablage en comparaison des traitements par ponçage (Figure 28c). La Figure 28d présente l'augmentation quasi-linéaire de la résistance en cisaillement en fonction de la rugosité moyenne du substrat.

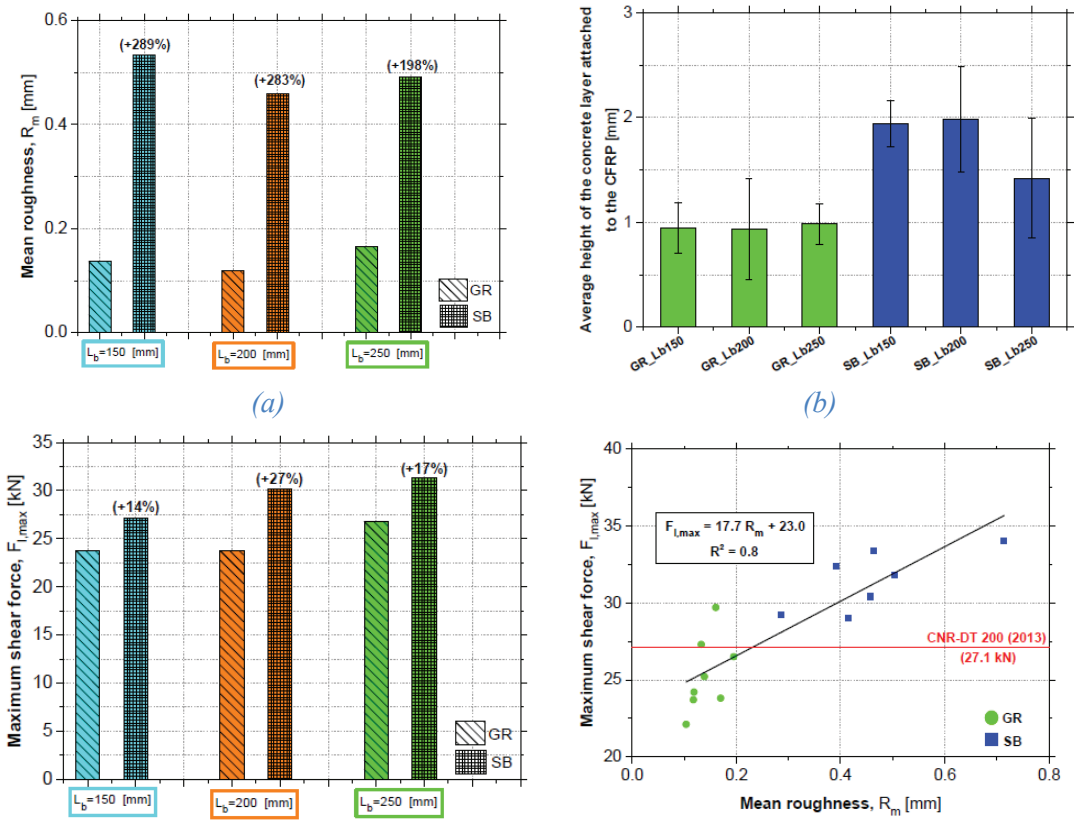


Figure 28 – Influence de rugosité sur les ruptures cohésive dans le béton (Soares et al, 2019): (a) Valeurs moyennes de rugosités pour plusieurs surfaces traitées (b) Hauteur du béton attachée au composite, (c) Influence de la rugosité sur les résistances en cisaillement (d) Relation entre les résistances en cisaillement et les rugosités moyennes.

Le Tableau 6 donne une synthèse des recherches sur l'influence de la rugosité du substrat sur l'adhérence composite/béton.

Tableau 6 –Synthèse des recherches sur l'influence de la rugosité du substrat sur l'adhérence composite/béton

Traitement	Matériaux	Type de test	Résultat	Référence
Forage sur les substrats Profondeurs variées : 0 ; 2,5 ; 5 ; 10mm	Carbone de Sika Warp et résine époxyde	Cisaillement à simple recouvrement	Modification d'une rupture adhésive vers une rupture cohésive. Augmentation de 14% à 27% de la force ultime de cisaillement	(Al-Rousan et AL-Tahat, 2019)
Ponçage par brosse métallique	Composites à base de fibres de carbone et	Cisaillement à simple recouvrement	Passage d'une rupture adhésive (sans traitement) à une rupture	(Yin et Fan, 2018)

Traitement	Matériaux	Type de test	Résultat	Référence
	résine époxyde		cohésive dans le béton (avec traitement) Rugosité efficace relative de 0,44 pour une meilleure résistance au cisaillement	
Ponçage par un papier abrasif	Plaques de composites à base de fibres de carbone et de verre, résine époxyde	Flexion	Passage d'une rupture adhésive à une rupture cohésive. Augmentation de 15% à 58% de la résistance	(Aiello et Leone, 2008b)
Sablage et ponçage par la lime et le papier de verre	Composites à base de fibres de carbone et de verre et résine époxyde	Flexion	Augmentation de 17% à 20% de la force ultime pour les poutres traitées par la lime et le sablage par rapport au traitement du papier de verre	(Ariyachandra et al, 2017)
Sablage et ponçage par disque diamant	Composites à base de fibres de carbone et résine époxyde	Test d'arrachement et cisaillement à simple recouvrement	Augmentation de 20% à 30% de la résistance à l'arrachement pour les dallettes traitées par sablage par rapport au ponçage	(Benzarti et al, 2011)
Ponçage par la brosse métallique et projection de sable-eau	Composites à base de fibres de verre et résine époxyde	Test d'arrachement composite/béton	Augmentation de 20 % résistance à l'arrachement pour les dallettes traitées par projection du sable-eau par rapport au ponçage	(Ha et al, 2013)

L'état de surface du béton influence le mode de rupture de l'assemblage composite/béton. La valeur de la résistance peut être améliorée en utilisant un traitement de la surface du béton.

1.2. GENERALITES SUR LE VIEILLISSEMENT

Le vieillissement est une évolution lente et irréversible d'une ou plusieurs propriétés du matériau, résultant de modifications de sa structure, de sa morphologie ou de sa composition sous l'effet de son instabilité propre, de l'interaction avec l'environnement, de sollicitations mécaniques, ou de la combinaison de ces causes (Verdu, 2000). Les facteurs du vieillissement sont variés : la température, l'humidité, l'eau salée, alcaline, le diesel, le gel/dégel, le rayonnement du soleil, l'oxygène de l'air, etc (Figure 29). Ces facteurs peuvent provoquer des modifications physiques et chimiques des composites et causer des diminutions des caractéristiques mécaniques des composites à court et à long terme.

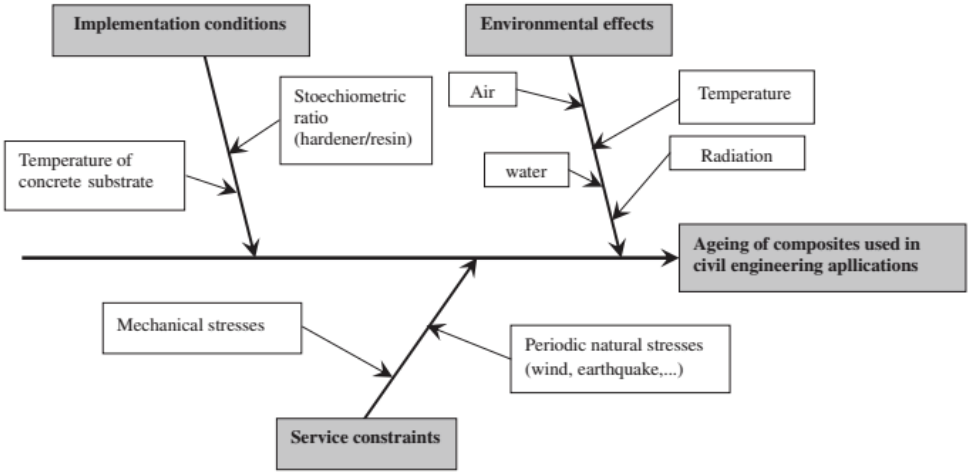


Figure 29 – Causes du vieillissement pour les composites appliqués en génie civil (Marouani et al, 2012)

Le vieillissement naturel (VN) est une combinaison de ces facteurs et conduit généralement à une modification lente des propriétés des matériaux composites. Un VN prend de 10 à 20 ans pour mettre en évidence une dégradation importante des propriétés d'un matériau composite. C'est pourquoi le vieillissement accéléré (VA) en laboratoire est préféré pour les études. Le VA raccourcit les délais d'apparition des endommagements, de plus, le nombre de facteurs de vieillissement peut être réduit et les facteurs sélectionnés peuvent être contrôlés de façon indépendante. Enfin, la finalité est de corréler les résultats obtenus lors d'essais de VA avec les retours d'expériences sur des essais de VN.

Ce paragraphe aborde les facteurs de vieillissement et les processus de vieillissement des composites. Les vieillissements des résines, des fibres de renfort, des composites et de l'interface composite/béton sont successivement évoqués.

1.2.1. Les facteurs influents du vieillissement des composites

1.2.1.1. Température

La température génère des contraintes internes additionnelles ayant une action sur les propriétés mécaniques des composites et pouvant dans certains cas mener à une fissuration de la matrice même à très basse température. Dans des applications pratiques, chaque matrice a sa propre température d'usage. Habituellement, une matrice a une température d'utilisation

maximale, légèrement inférieure à sa température de transition vitreuse (Tg). Marouani et al (2008) ont réalisé des essais de type Kinemat pour mesurer les températures de transition vitreuse des composites de fibres de carbone avec deux résines, l'une vinylester et l'autre époxyde. Des éprouvettes de 50x10x1,2 mm^3 ont été soumises à un angle de torsion variant de 5° à 25° à une vitesse de chauffe de 3°C/minute. La Tg est mesurée à la différence maximale entre les couples instantanés et relaxés en torsion. Cinq valeurs de température de cure (T_{cure}) de 10°C à 60°C ont été considérées pour étudier l'influence de la température de cure sur la température de transition vitreuse du composite. Plus T_{cure}, augmente, plus grande valeur de la Tg est obtenue. Les monomères n'ayant pas réagis préalablement réagissent désormais lorsque T_{cure} augmente, d'où l'augmentation de T_g.

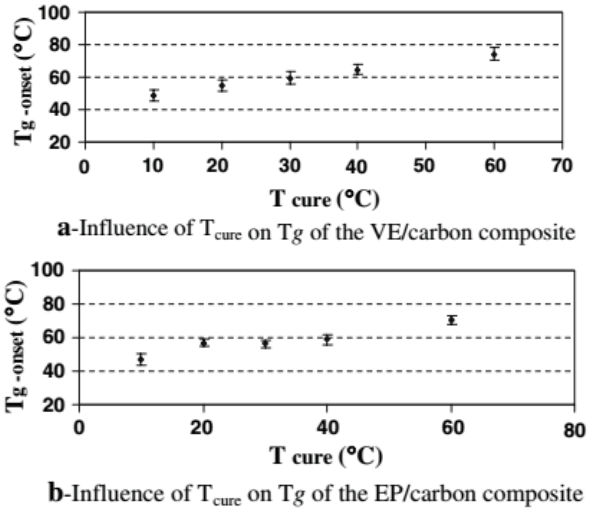


Figure 30 – Influence de la température sur la Tg de PRFC (Marouani et al, 2008)

Lobanov et Zubova (2019) ont étudié le vieillissement thermique d'un composite à base de fibres de verre et d'une résine époxyde. Des éprouvettes de quatre plis croisés [0°/30°/0°/60°] soumises à des vieillissements thermiques à 120, 160, 200°C pendant 5 et 15 jours ont été testées en traction. Les résultats de cette recherche montrent que les trois températures et le temps augmentent la résistance de 11% et le module de 13%. La température et le temps ne sont pas les causes majeures de dégradation des composites s'ils ne sont pas couplés à d'autres facteurs influents (comme l'eau, un solvant chimique…) (Richaud et Verdu, 2011).

1.2.1.2. Humidité

L'absorption d'eau de la matrice est le facteur le plus important qui conduit à des pertes de propriétés mécaniques de composites (Mortaigne, 2005). Les études récentes (S Marouani et al, 2012), (Scida et al, 2013), (Yan et Bing, 2016)montrent que le transport de l'eau au sein de la résine dépend directement de la présence de macro pores dans la structure du polymère ainsi que de l'affinité de la matrice avec l'eau. La présence de macro pores dépend de la morphologie et de la réticulation de la résine et la quantité d'eau absorbée dépend du type de résine et de la température de l'eau. Karbhari et Abanilla (2007) ont montré que les composites stratifiés au contact sont plus sujets au vieillissement comparativement aux composites préfabriqués. En raison du procédé de mise en œuvre, les composites stratifiés au contact ont une structure interne hétérogène avec des zones plus riches en résine, des porosités et une imprégnation des faisceaux de fibres parfois incomplète à cœur.

De plus, les molécules d'eau s'insèrent dans le réseau macromoléculaire et brisent les liaisons faibles de type Van der Waals ou liaisons hydrogène entre les groupes polaires portés

par les chaines. Ce phénomène d'absorption de l'eau provoque le phénomène de plastification des matrices (Figure 31). Le phénomène de plastification entraine des dommages nuisibles à la cohésion mécanique du réseau et augmente ainsi la mobilité moléculaire. La plastification entraine aussi une chute du module d'élasticité et l'apparition d'un comportement caoutchoutique.

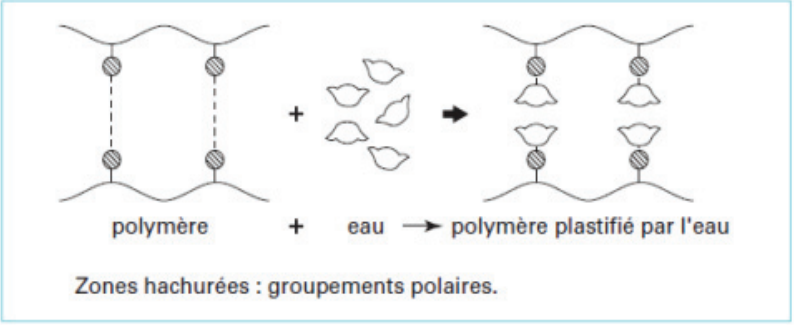


Figure 31 – Effet de plastification dans une macromolécule (Verdu, 2002)

Weitsman (2000) a synthétisé les différents modèles d'absorption d'eau dans les composites exposés à une atmosphère humide (Figure 32). Le modèle de Fick (Courbe 0) montre un état d'équilibre avec un plateau de saturation. La courbe numéro 1 présente un comportement pseudo-fickien (Modèle de Langmuir) sans plateau de saturation et la courbe 2 est associée à un comportement de diffusion en deux paliers. Une augmentation rapide de l'absorption d'eau de certains polymères est représentée par la courbe 3. La courbe 4 illustre une perte de masse attribuée à un dommage chimique. Dans la plupart des études concernant la résine époxyde, on utilise l'hypothèse du processus de diffusion fickienne.

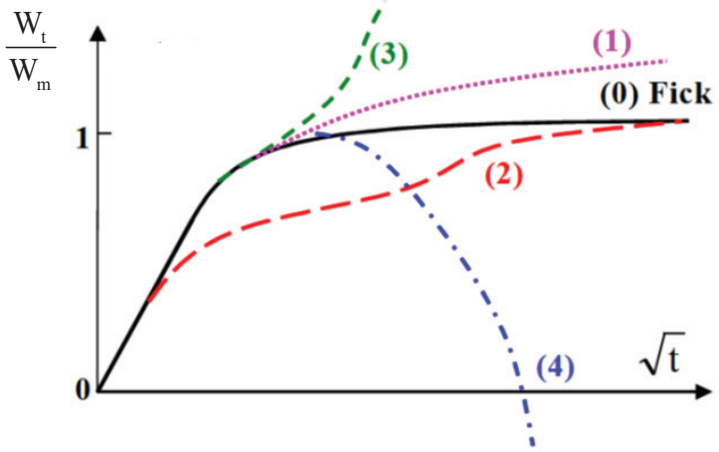


Figure 32 – Différent modèles de d'absorption d'eau (Weitsman, 2000) : W_t -Prise de masse au temps t, W_m -Prise de masse à l'état saturé, t-Temps de test

Après une période de vieillissement, l'absorption de l'eau par une résine ou un composite peut être évaluée par la prise de masse W_t, définie selon l'équation:

$$W_t = \frac{M_t - M_o}{M_o}.100\% \qquad (1.5)$$

Avec M_t la masse de l'éprouvette au temps t et M_o est la masse sèche de l'éprouvette avant de la mettre au vieillissement et W_t est la prise de masse à l'instant t.

Certains auteurs suggèrent que le processus d'absorption des polymères sur courbe numéro 1 (Figure 32) se compose de deux phases de diffusion distinctes (Figure 33). Crank (1975) a proposé que la diffusion et l'absorption surfacique des molécules d'eau au sein du

matériau jusqu'à un quasi-équilibre est la première phase quasi-linéaire de diffusion d'eau. Ensuite, la relaxation du réseau d'époxy (Apicella et Nicolais, 1985) et l'apparition de pores et fissures additionnelles conduisant au remplissage d'eau (Carfagna et Apicella, 1983) sont combinées lors de la deuxième phase de diffusion d'eau sans plateau de saturation. Bao et Yee (2002) ont établi un modèle pour la diffusion en deux étapes:

$$W_t = W_\infty(1 + k\sqrt{t})\left[1 - e^{-7{,}3(Dt/h^2)^{0{,}75}}\right] \quad (1.6)$$

- W_t est la prise de masse à l'instant t
- W_∞ est la prise de masse à l'état de quasi équilibre du système
- D est le coefficient de diffusion dans la première phase d'absorption
- k est une constante liée à la relaxation du réseau polymère et l'apparition de pores et fissures additionnelles dans la seconde phase
- h est l'épaisseur de l'échantillon

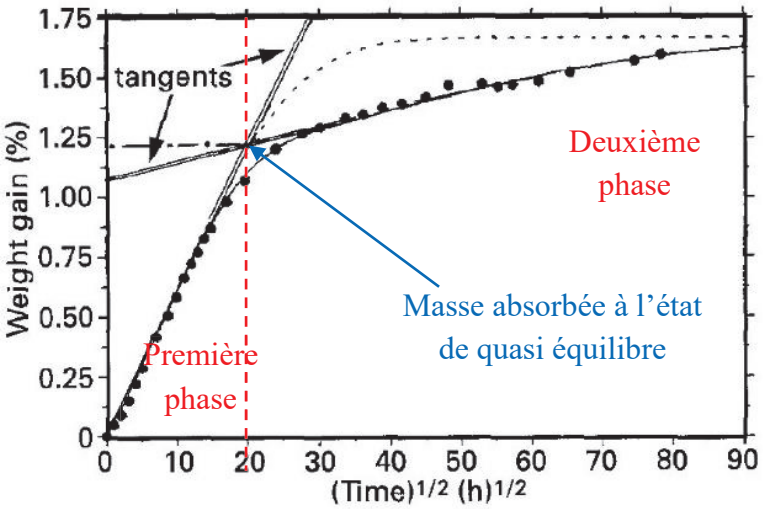


Figure 33- Modèle de diffusion en deux étapes et méthode grahique de déterminer une prise de masse saturée pour la prémière étape d'absorption (Tsotsis et Weitsman, 1994)

Tsotsis et Weitsman (1994) ont proposé une simple méthode graphique pour calculer la valeur de W_∞ en se basant sur une courbe d'absorption expérimentale. L'intersection des tangentes aux deux phases d'absorption est trouvée et l'ordonnée de ce point définit W_∞ (Figure 33). Une régression non linéaire en basant sur l'équation (1.6 est ensuite appliquée sur les données prise de masse/ racine (heure) pour déterminer les paramètres D et k. Ensuite, l'équation (1.7) permet de déduire les coefficients de diffusion corrigés (D_c) tenant compte des dimensions finies des échantillons (Assarar et al, 2011).

$$D_c = D\left(1 + \frac{h}{L} + \frac{h}{B}\right)^{-2} \quad (1.7)$$

- D est le coefficient de diffusion calculé par le modèle à deux phases
- B est la largeur d'un échantillon rectangulaire (mm)
- L est la longueur d'un échantillon rectangulaire (mm)
- h est l'épaisseur d'un échantillon rectangulaire (mm)

1.2.1.3. Autres facteurs climatiques

Les composites exposés à l'environnement extérieur sont affectés non seulement par la température et l'humidité, mais aussi par le rayonnement UV du soleil, l'oxydation, les polluants atmosphériques. En pratique, la température et l'humidité sont variables en fonction

des saisons. Fayolle et Verdu (2005) ont proposé que les variations climatiques de l'humidité relative et de la température, sous forme de cycles sec/humide, chaud/froid, conduisent à une dégradation du matériau par fatigue sur une couche plus ou moins importante du matériau.

Les rayonnements UV du soleil représentent 1-5% du rayonnement total du soleil mais ils provoquent une forte dégradation en raison de leur forte pénétration dans les matrices organiques (Pospíšil et Nešpurek, 2000). Leur taux de dégradation dépend de la composition du polymère, de l'interaction entre la résine et les espèces photo-actives, de l'oxygène et de l'intensité de la lumière (Shyichuk et al, 2005) (White et Shyichuk, 2007). Ils provoquent la rupture des liaisons chimiques et la création de radicaux libres dans les matrices organiques. Les creusements de la surface du composite sont dus aux UV et à la pluie sur la résine polymère (Hallonet, 2016).

L'oxydation des composites est catalysée par la lumière naturelle du soleil (Marouani et al, 2012). Elle joue un rôle d'inhibiteur de la réticulation et favorise le processus de coupure de chaîne macromoléculaire de façon préférentielle en surface du polymère (Verdu, 2002). Par conséquent, elle peut changer la densité du matériau et conduire à des contraintes internes sur le long terme et donc former des fissurations sur la surface du composite. L'oxydation provoque aussi le changement de couleur des fibres de renfort, des matrices avec le temps (Hallonet, 2016). De plus, les polluants atmosphériques (SO_2, NO_x, O_3, particules poly-aromatiques…) sous l'effet des rayonnements UV augmentent l'effet de l'oxydation en surface de composites.

Dans le cas du renforcement extérieur de structures en béton par les matériaux composites, l'influence de ces facteurs sur l'interface composite/béton est conditionnée à leur absorption et à leur pénétration à travers de l'épaisseur du composite et sur les bords libres composite/béton.

1.2.1.4. Essai de caractérisation du vieillissement des composites

Le vieillissement naturel (VN) demande un long temps d'exposition des éprouvettes de composites à l'environnement et ses résultats dépendent de la région d'exposition. Les conditions extérieures d'un pays ne sont pas toujours favorables au vieillissement de composites (par exemple, un climat très chaud pour un composite à base d'une résine époxyde) (Sen, 2015). Aucune dégradation significative des propriétés mécaniques des composites PRFC n'a été observée après 10 ans de l'exposition aux climats modéré et côtier-subtropical (Nishizaki et al, 2011). Pour obtenir une dégradation marquée de PRFC sous deux climats ci-dessus, le temps du VN doit être duré plus de 10 ans. Les causes de la faible reproductibilité de résultats de VN proviennent de la difficulté du contrôle des facteurs du vieillissement et des processus non contrôlés du vieillissement passant successivement, par exemple, d'une phase de grande humidité à une phase plus sèche lors de laquelle les composites récupèrent partiellement leurs performances mécaniques lors des essais de Nishizaki et al (2005).

Pour avoir une évaluation plus rapidement des dégradations possibles des composites, le vieillissement accéléré (VA) est utilisé. Les essais de VA permettent de pouvoir quantifier les dégradations de composites dans des délais raisonnables, compatibles avec le temps de développement d'une solution de réparation mais sur une période courte focalisant sur quelques facteurs contrôlés précisément. Ils permettent aussi de déterminer l'influence spécifique des différents facteurs. L'humidité et la température sont identifiées comme étant les deux facteurs importants de VA des composites dans la littérature (Sen, 2015) (Karbhari et Ghosh, 2009) (Cabral-Fonseca et al, 2018). De plus, le choix de la température ou de l'humidité influence les

phénomènes mis en jeu: la haute température pour une diffusion plus rapide, l'humidité élevée (par exemple, immersion dans l'eau) pour une absorption plus élevée et la simultanéité d'une haute température et d'une humidité élevée pour une diffusion rapide et une absorption élevée. Parmi les tests de VA se distinguent les tests incluant seulement un ou deux facteurs de vieillissement comme un degré d'humidité ou une température donnée, et les tests en enceinte climatique reproduisant le plus fidèlement possible un environnement extérieur avec des cycles de pluie, UV ou variations de température. Ces vieillissements sont parfois couplés à des contraintes mécaniques afin de déterminer leurs effets synergétiques.

L'un des verrous scientifiques actuels est la corrélation du critère de dégradation entre le VN et le VA (Lacoste et Therias, 2015). Pour valider un VA, il faut corréler les résultats dus au VA avec les retours d'expérience sur un VN. Le facteur d'accélération est calculé par le rapport d'un temps d'exposition de VN et de celui de VA et il permet d'interpréter respectivement les influences différentes des facteurs sélectionnés de VA et celles des facteurs de VN sur les vieillissements de VA et VN (Mortaigne, 2005).

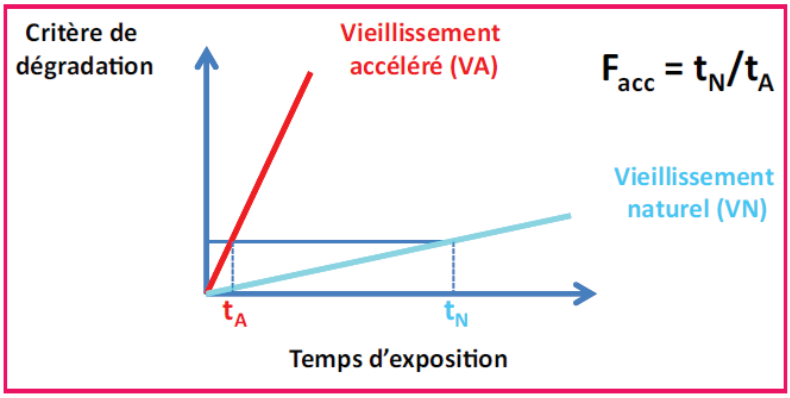


Figure 34 – Comparaison entre le vieillissement naturel et le vieillissement accéléré (Lacoste et Therias, 2015)

1.2.2. Vieillissement des matrices

Les facteurs du vieillissement peuvent agir sur les composites de manière individuelle ou combinée. Le premier élément impacté est la matrice. En général, les altérations peuvent être associées soit à un vieillissement chimique, concernant la structure chimique de la matrice soit à un vieillissement physique, lié aux changements physiques dans les matrices.

1.2.2.1. Vieillissement chimique

Le vieillissement chimique est une évolution de la structure chimique des matrices sous influence de l'environnement (Fayolle et Verdu, 2005). Les résines amorphes se présentent sous deux états: l'état vitreux dit hors équilibre et l'état caoutchoutique dit état d'équilibre (Fayolle et Verdu, 2005). Les résines thermodurcissables présentent des caractéristiques variables en fonction de leur état vitreux. En effet, le matériau des réseaux époxy réticulé se fige dans un état instable (état vitreux) lors du durcissement, avant que l'équilibre (état caoutchoutique) puisse être atteint. Dans certaines conditions sous des températures extérieures supérieures à la température de transition vitreuse (Tg), des groupes réactifs susceptibles de donner lieu à des pontages entre chaînes vont réagir entre eux et donc la densité de réticulation augmente. C'est le phénomène de post – réticulation qui entraine une augmentation de la Tg et une amélioration des propriétés mécaniques du composite.

Marouani et al (2012) ont étudié l'évolution de la Tg pour la résine époxyde et la résine vinylester en faisant varier les températures de cure : 40°C, 50°C et 60°C. La T_g des composites à base de fibres de carbone, avec ces deux résines est à peu près de 45°C avec une cure à température ambiante. En observant la Figure 35, les températures de transition vitreuse ont augmenté rapidement pendant les 10 premières heures de cure et plus légèrement ensuite. Plus la température de cure est élevée, plus la T_g augmente. Dans le cas de la cure de composites à base de fibres de carbone, avec la résine époxyde sous la température modérée de 50°C, il existe deux phases de l'évolution : la phase de consolidation suivie par la phase de dégradation. Pour la phase de consolidation, la résistance en traction augmente à 12,5 % et la T_g augmente de 55°C à 88°C après 7 semaines (Marouani et al, 2012). Ces résultats sont expliqués par la continuité de la réaction moléculaire (phénomène de post-réticulation) de la résine époxyde sous la température de 50°C. Des soudures, réticulations entre les chaînes peuvent également se produire principalement sur des groupes réactifs n'ayant pas encore réagi.

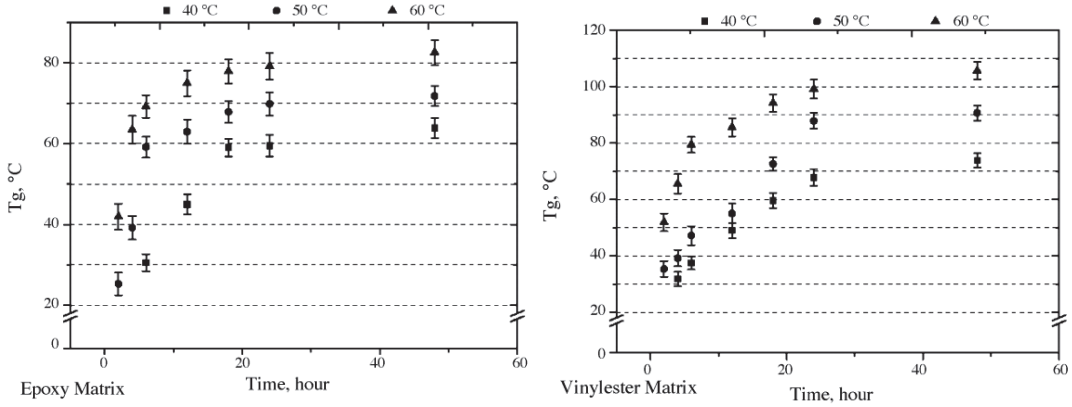


Figure 35 – Tg selon le temps pour différentes températures de cure (Marouani et al, 2012)

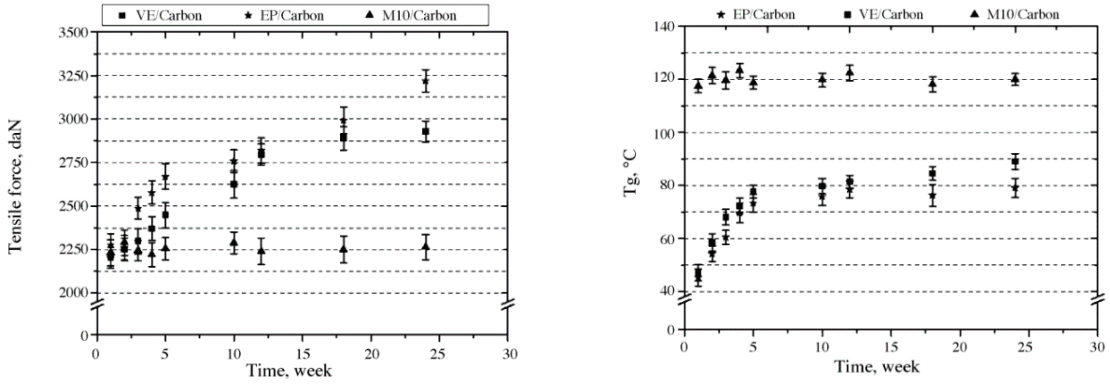
A l'inverse du phénomène de post–réticulation, le vieillissement chimique des matrices modifie l'architecture des macromolécules et induit baisse de leur masse moléculaire pouvant entraîner des dégradations des propriétés mécaniques. En général, un processus de dépolymérisation n'est possible qu'à des températures élevées. Par exemple, en cas de dégradation d'un composite à base de fibres de carbone et de résine époxyde sous la température modérée de 50°C, la T_g se maintient à 55°C tandis que la résistance en traction et le module d'Young diminuent respectivement 45% et 14,7% après 72 semaines. La fissuration et la plastification de la matrice époxyde sont les causes de dégradation des performances mécaniques (Marouani et al, 2012).

1.2.2.2. Vieillissement physique

Lorsque la température de conservation est en-dessous de la Tg, la mobilité résiduelle des molécules permet une évolution lente vers une situation d'équilibre instable. Cette évolution est nommée la *relaxation structurale***.** La relaxation structurale n'entraîne pas de variation de masse ni de variation de masse molaire des chaines macromoléculaires. Il s'agit donc bien d'un vieillissement physique et non chimique. Les conséquences de la relaxation structurale de composites sont une diminution de la complaisance au fluage, une augmentation de la contrainte au seuil haut de la plasticité et surtout une fragilisation plus ou moins importante des composites.

Dans les travaux de Marouani et al (2011), des composites à matrice Polymère, Renforcés par les Fibres de Carbone (PRFC) et des résines ont été conditionnés à température

ambiante (20°C), plus faible que T_g . En observant les évolutions des forces ultimes en traction et des Tg des composites, il apparaît que la résine époxyde et la résine vinylester se maintiennent dans une situation instable. Ces polymères ont continué à évoluer pour atteindre leurs propriétés optimales (Figure 36).



(a) *(b)*

Figure 36 – Evolution des forces ultimes (a) et de Tg(b) des composites selon le temps (Marouani et al, 2011)

1.2.2.3. Conséquences de l'absorption d'eau

- ***Gonflement des matrices***

La décohésion partielle des chaines macromoléculaires facilite aussi le phénomène de gonflement des matrices sous l'action de l'accumulation de molécules d'eau entre les chaines des matrices qui tendent ainsi à s'écarter (Verdu, 2002b). Le gonflement est proportionnel à la quantité d'eau absorbée. La surface des matrices est la première partie à gonfler, ce qui crée des contraintes surfaciques. Lorsque cette contrainte surfacique dépasse le seuil de contrainte de la matrice, l'endommagement se produit sous forme d'une fissure ou d'une craquelure. Cet endommagement est irréversible, comme le montrent des essais mécaniques après séchage du matériau. Après la dessiccation du composite hydraté, il y a une dégradation réversible liée à la modification physique du composite (volume libre, contraintes internes…) et/ou une dégradation irréversible liée à une modification chimique de matrice (rupture de macromolécule, hydrolyse). Les deux conséquences principales de la dégradation de matrices sont la plastification et le gonflement (Fayolle et Verdu, 2005) (Mercier, 2006).

- ***Abaissement de la température de transition vitreuse (Tg)***

La pénétration de l'eau au sein des matrices provoque l'abaissement de la température de transition vitreuse T_g. En effet, le mélange matrice-eau a une T_g intermédiaire entre celle des matrices et celle du solvant. Cette conséquence est due à l'effet de plastification de la matrice qui augmente la mobilité moléculaire, ce qui permet donc un changement de conformation des chaînes macromoléculaires à une température plus basse que celle du polymère sec (Lecomte-Beckers, 2009).

- ***Migration d'adjuvants***

Lors d'une pluie ou d'une immersion dans l'eau des matrices, il existe une dissolution des adjuvants tels que des stabilisants ou des plastifiants (Fayolle et Verdu, 2005). Les matrices contenant des adjuvants sont normalement hors équilibre en raison d'une concentration négligeable de ces adjuvants dans l'air. Par conséquent, une diffusion des adjuvants vers la surface du matériau est produite pour obtenir une concentration équilibre. La présence de l'eau dans les matrices contenant des adjuvants facilite la diffusion des adjuvants par la plastification

des chaines ainsi que leur extraction une fois en surface. La migration des adjuvants provoque une perte de la stabilité ou le souplesse d'une matrice.

1.2.3. Vieillissement de fibres

Les fibres ont des sensibilités différentes à l'eau en fonction de leur nature. Les fibres de carbone ou de verre sont peu concernées par le vieillissement hydrique (fib Bulletin 90, 2019). Dans le cas de fibres de verre, les silanes dans l'agent couplant forment des liaisons chimiques stables (-Si-O-Si-) avec une matrice. Ces liaisons résistent à l'infiltration de l'eau entre la fibre et la matrice (Schutte et al, 1994). Les fibres de carbone ont une structure en cristal du graphite qui est très résistante à l'infiltration de l'eau.

En revanche, les fibres naturelles sont très sensibles à l'eau à cause de leurs microstructures biochimiques (1.1.2.3). L'absorption d'eau des fibres de lin se fait par remontées capillaires dans un canal au milieu du lumen S3. En outre, la composition chimique de couche S2 (pectines et hémicelluloses) joue un rôle important dans l'absorption d'eau. Les pectines et hémicelluloses présentent une structure amorphe avec une grande quantité de groupes hydroxyles disponibles. L'eau peut être située sur la surface de la fibre ou dans la paroi cellulaire secondaire de la fibre (Baley et al. 2005). Rouch (2018) a étudié les vieillissements de la fibre de lin sous la température de 70ºC et l'immersion dans l'eau de 23ºC et de 70ºC pendant une durée de 10 semaines (Figure 37). Pour le vieillissement thermique à 70ºC, la paroi primaire se dégrade et la lamelle de la fibre de lin a totalement disparu après 6 semaines. En raison de la forte sensibilité à l'hydrolyse, les parois cellulaires riches en pectines se dégradent rapidement. Plus la température de l'eau est élevée, plus les destructions de la couche S1 et de la couche S2 sont obtenues. Les lessivages des constituants des groupements hydroxyles provoquent l'abaissement des propriétés mécaniques de la fibre de lin (Rouch, 2018). En effet, les vieillissements des composants biochimiques de la fibre de lin provoquent des diminutions de près de 70% de la résistance en traction et de 60% du module d'élasticité de la fibre de lin après 70 jours de vieillissement hygrothermique et thermique.

Le lumen (couche S3) de la fibre de lin gonfle à court terme (Yan et Bing, 2016) et l'hémicellulose se dissout ensuite (Azwa et al, 2013). Cette dissolution contribue à augmenter l'aire de cavité du lumen, donc le transport capillaire d'eau le long du lumen est favorisé par le temps de vieillissement ou la température de l'eau (Yan et al, 2014) (Le Duigou et al, 2015).

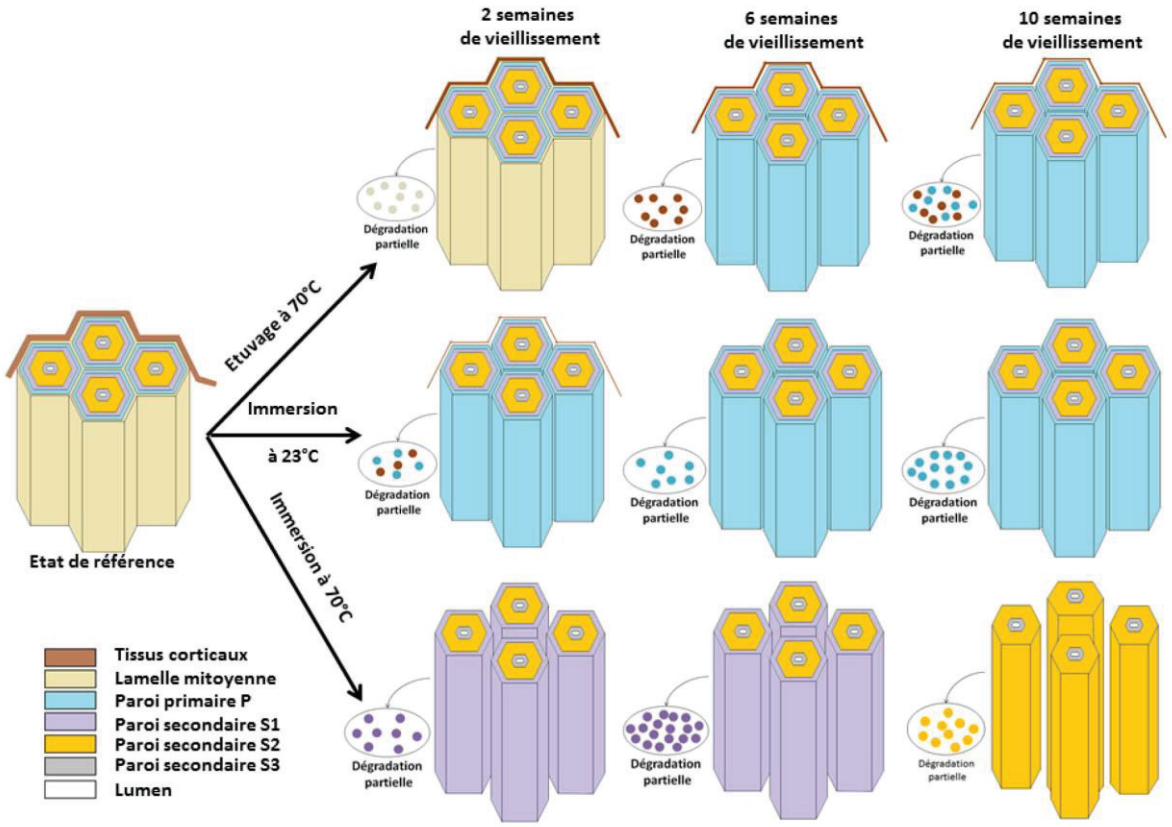
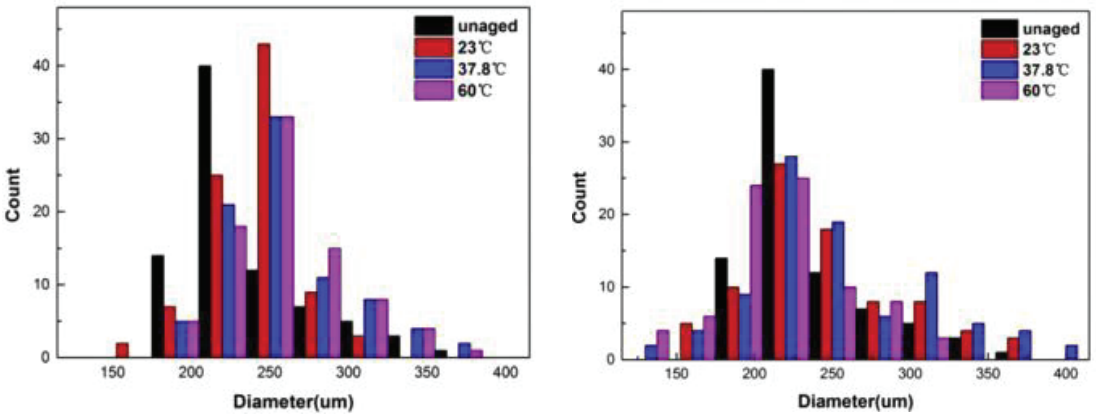


Figure 37 – Dégradations de fibres de lin soumises à différents vieillissements : vieillissement thermique à 70°C et vieillissement par immersion à 23°C ou à 70°C (Rouch, 2018)

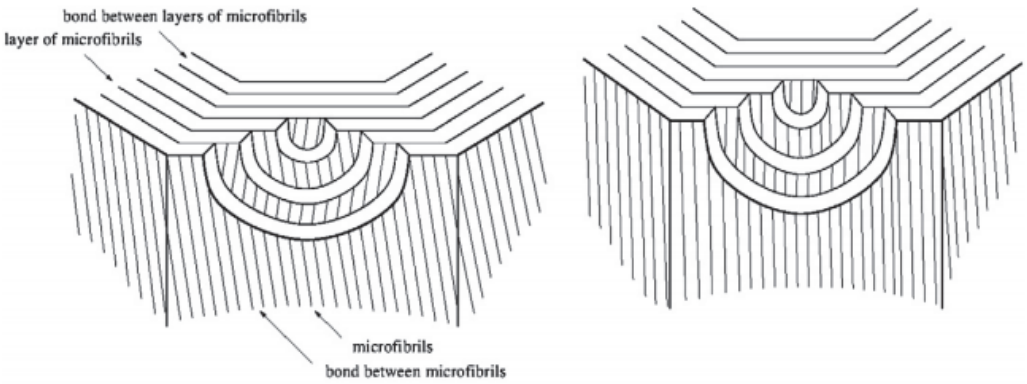
Le gonflement physique de la fibre de lin se produit au début de la période de vieillissement et s'observe via l'augmentation du diamètre des fibres du lin (Figure 38a). L'eau absorbée a provoqué un gonflement apparent des fibres. Ce gonflement est le résultat de l'expansion physique du lumen (couche S3) et de la combinaison de molécules de cellulose et d'eau (Yan et Bing, 2016). Les gonflements différents entre la fibre et la matrice provoquent des microfissures dans la matrice autour des fibres gonflées. Ensuite, ces microfissures à l'interface fibre/matrice permettent d'augmenter le stockage de l'eau diffusée à travers la matrice et aussi le degré de capillarité le long de l'interface fibre/matrice (Azwa et al, 2013). Dans la recherche d'Yan et Bing (2016), le diamètre des fibres a diminué après 17 semaines d'exposition dans l'eau à cause de la dégradation chimique des composants des fibres (Figure 38b). Les pectines, les hémicelluloses et la cellulose mal cristallisée de la paroi primaire dans les fibres de lin ont été dissoutes dans la solution. Par conséquent, la dissolution des composants des fibres de lin après leur vieillissement pendant une certaine période explique la réduction du diamètre des fibres (Yan et Bing, 2016).



(a) *(b)*

Figure 38 – Diamètres des fils de lin immergés dans l'eau : (a) 2 semaines (b) 17 semaines (Yan Li. 2016)

La recherche de Scida et al (2013) a confirmé qu'un phénomène de réorientation de micro fibrilles des fibres du lin se produit sous le vieillissement hygrothermique (Figure 39). Les liaisons (essentiellement de la pectine) entre les fibres individuelles et les liaisons (essentiellement d'hémicellulose) entre les couches constitutives des fibres individuelles (S2) non seulement sont souples mais aussi sont cassées par l'action de l'eau. Par conséquent, la mobilité des couches de micro-fibrilles et des micro-fibrilles elles-mêmes est privilégiée avec la présence de l'eau. L'eau agit comme une plastification, les micro-fibrilles des fibres peuvent se déplacer plus librement car les liaisons internes entre elles-mêmes sont souples (ou cassées dans certains cas). En appliquant une charge de traction, l'angle entre les micro-fibrilles et l'axe de la fibre change de telle sorte que les micro-fibrilles s'alignent dans la direction de la fibre (Scida et al. 2013) .



(a) *(b)*

Figure 39 – Schéma des parois principales de la fibre de lin : (a) orientation initiale des micro-fibrilles à l'intérieur de la paroi S2 (b) orientation des micro-fibrilles à l'intérieur de la paroi S2 (avec vieillissement hygrothermique) sous contrainte de traction (Scida et al. 2013)

En conclusion, l'influence de l'eau sur les caractéristiques des fibres de lin ou de carbone n'est pas la même. Les fibres de carbone sont moins influencées par l'eau. En revanche, l'eau provoque le gonflement et la réorientation de micro fibrilles des fibres du lin.

1.2.4. Vieillissement de l'adhésion fibre/matrice

La dégradation de l'interface fibre/matrice est une altération des différents phénomènes de l'adhésion (Mortaigne, 2005). Lors de l'absorption d'eau, la qualité de l'interface

fibre/matrice des composites peut fortement se dégrader. En effet, l'interface fibre-matrice est une zone critique quand un composite est immergé dans l'eau. Le transport des molécules d'eau à l'interface fibre/matrice met en jeu trois mécanismes : la diffusion de l'eau jusqu'à l'interface fibre/matrice à travers les micro interstices entre les chaînes de la matrice, la capillarité au sein des fibres naturelles et dans les interstices et les défauts à l'interface fibre/matrice (résultat d'une mauvaise imprégnation lors de l'étape de fabrication initiale) (Karmarker,1997) (Espert et al, 2004).

La dégradation de l'interface fibre/matrice est une destruction des liaisons chimiques au voisinage de la surface des fibres. L'adhésion entre la fibre et la matrice est insuffisante, la décohésion provient des ruptures des liaisons chimiques dans l'interphase fibre/matrice. En outre, une température de l'eau élevée conduit à une augmentation de la vitesse de pénétration de l'eau dans les matrices et accélère donc le mécanisme de dégradation. Par exemple, pour un composite à base de fibres de verre et de résine époxyde, l'intrusion de l'eau à l'interface fibre/matrice conduit à la rupture des interphases du couplage au silane entre les fibres de verre et la résine époxyde. La présence d'humidité à l'interface fibre/ matrice permet de lessiver le sodium et les ions métalliques et de provoquer la perte de la contrainte adhésive entre les fibres de verre et la résine époxyde (fib Bulletin 90, 2019).

Hong et al (2018) ont utilisé le test de flexion transversale sur un composite à base de fibres de carbone et de résine époxyde pour observer les dégradations de l'interface fibre/matrice sous des vieillissements hygrothermiques (immersion dans l'eau de 23°C, 40°C et 60°C) ayant duré jusqu'à 8 mois. Cette recherche a confirmé que plus la température de l'eau est élevée, plus la dégradation de l'interface fibre/matrice est forte (Figure 40). Les diminutions des résistances en flexion transversale des deux séries vieillies à 40°C et 60°C sont liées à l'hydrolyse irréversible de la matrice époxyde. En revanche, seule une plastification réversible se produit pour la série placée à 23°C d'où le changement peu significatif du comportement de l'interface fibre/matrice. Ces auteurs ont insisté sur le fait que les fibres de carbone n'influencent pas la durabilité des composites sous des vieillissements hygrothermiques.

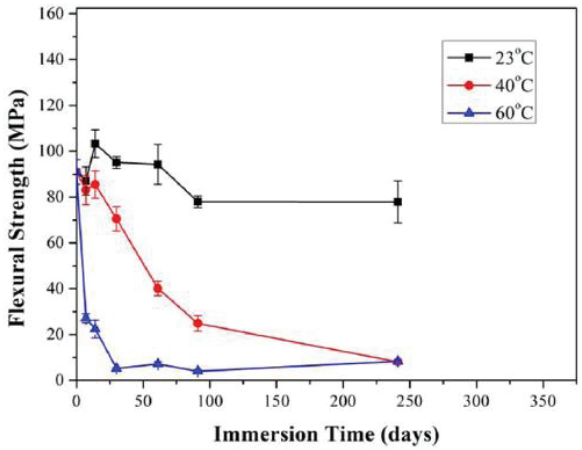


Figure 40 – Evolutions des contraintes en flexion transversale de PRFC sous des conditions hygrothermiques (Hong et al,2018)

L'infiltration d'eau dans l'interface fibre/matrice provoque un gonflement différentiel dû à la différence de l'absorption des fibres et de la matrice (Bessadok et al,2007). En plus, le gonflement des fibres naturelles peut également provoquer des dommages à l'interface fibre/matrice, puis dans la matrice voisine. La dégradation de l'interface fibre/matrice se produit principalement à l'étape de diffusion non fickienne du liquide au sein du matériau qui est proche

de la saturation. L'affaiblissement de l'adhésion fibre/matrice sous immersion provoque une rupture de type décollement entre les fibres et la matrice. Dans les recherches de Le Duigou et al (2009), un bio composite à base de résine de PLLA poly (acide lactique – L9000) et de fibres de lin d'Hermès est mis dans l'eau à 20ºC et 40ºC pendant 90 jours. Pour les éprouvettes non vieillies, la matrice de PLLA poly est bien attachée à la surface des fibres de lin (Figure 41). Au contraire, une plus grande extraction des fibres s'observe après une rupture par décollement fibre/matrice dans le cas du vieillissement par immersion (Figure 42). Sous l'influence de l'eau, le mode de rupture par décollement fibre/matrice devient plus courant que celui par rupture des constituants eux-mêmes (Le Duigou et al, 2009).

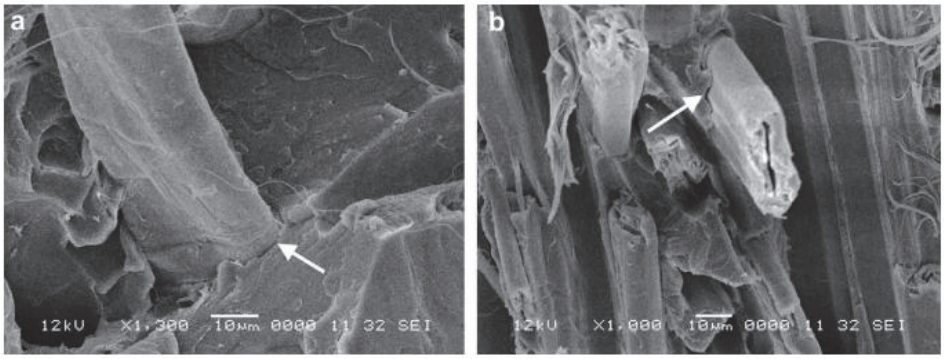


Figure 41 – Micrographies de rupture des éprouvettes non vieillies : (a) un échantillon fabriqué par moulage par injection et (b) un échantillon fabriqué par empilage de film de matrice PLLA. Les flèches indiquent l'interface (Le Duigou et al, 2009)

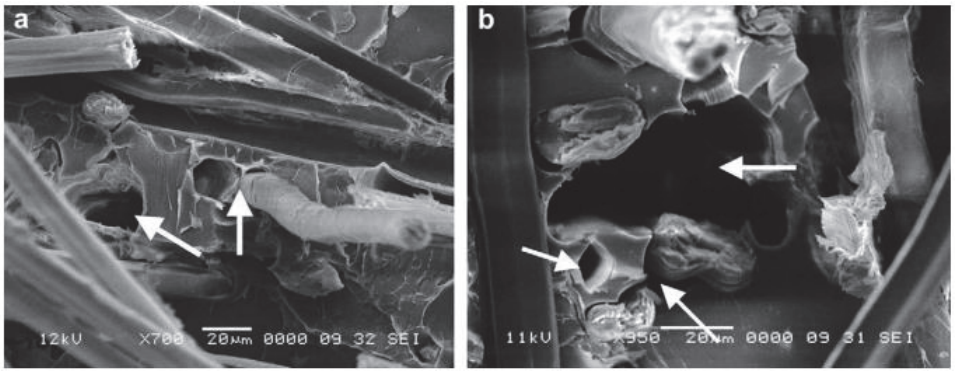


Figure 42 – Micrographies de rupture après 3 mois à l'eau de 40ºC : (a) un échantillon fabriqué par moulage par injection et (b) un échantillon fabriqué par empilage de film de matrice PLLA. Les flèches indiquent l'interface (Le Duigou et al, 2009)

Nguyen D.C (2016) a observé le comportement de l'interface entre les fibres de chanvre et une résine de polypropylène. Les conditions du vieillissement sont l'humidité relative de 80% à 20°C. Ensuite, chaque cycle de vieillissement est de 2 heures comprenant 102 min d'exposition puis 18 min d'arrosage (Norme ISO 4892-2) et la durée de vieillissement est de 4 semaines (672 heures). L'essai de caractérisation utilisé est un essai de déchaussement (Pull-out). En observant la courbe force - déplacement (Figure 43), il apparaît que la force à rupture et la pente des courbes diminuent sous l'effet de l'humidité et la température. Plus le temps du vieillissement est long, plus la force ultime et la pente des courbes sont faibles. L'humidité a plus d'impacts que la durée du vieillissement.

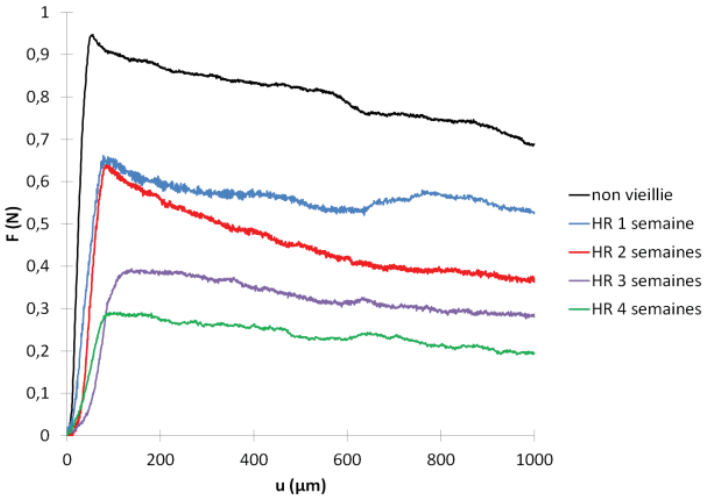


Figure 43–Courbes force-déplacement pour les éprouvettes non vieillies et vieillies (Nguyen D.C, 2016)

La présence de molécules d'eau au sein de l'interface fibre/matrice conduit non seulement à une rupture par décollement fibre/matrice mais aussi à une diminution de la capacité portante de l'adhésion fibre/matrice.

1.2.5. Vieillissement des composites à matrice polymère, renforcés par les fibres de carbone et de lin

1.2.5.1. Vieillissement des composites à matrice Polymère, Renforcés par des Fibres de Carbone (PRFC)

Les fibres de carbone ont une excellente tenue en température. En effet, leurs caractéristiques mécaniques sont maintenues jusqu'à 1500 °C environ et elles sont revêtues d'une couche protectrice anti-oxydante. Les fibres de carbone ne sont pas affectées par les rayons ultraviolets. Le vieillissement des PRFC provient du vieillissement de la matrice et de l'interface fibre/ matrice. Généralement, les résines utilisées et la qualité de l'interface fibre-matrice ont des rôles importants pour la durabilité des PRFC.

- ***Vieillissement accéléré de PRFC***

Le vieillissement de PRFC a été étudié sous plusieurs conditions de vieillissement accéléré. Cromwell et al (2011) ont étudié la durabilité de PRFC sous différentes conditions environnementales comprenant des immersions dans de l'eau à 38ºC, dans de l'eau salée à 22ºC, une exposition alcaline à 22ºC, une exposition en chaleur sèche à 60ºC, une exposition aux Gas-oil à 22ºC, une exposition cyclique à un rayonnement ultraviolet solaire (UV) à 63ºC et une immersion dans l'eau à 23ºC, à une exposition au gel – chaleur, à une exposition au gel – dégel. Deux composites PRFC ont été utilisés dans cette étude: une plaque de PRFC moulée au contact, un PRFC préfabriqué. Les composites PRFC préfabriqués produisent des résultats moins dispersés à cause d'un procédé de fabrication plus reproductible comparativement à PRFC moulés au contact. Pour le vieillissement hygrothermique en immergeant les PRFC moulés au contact dans l'eau à 38ºC, les PRFC moulés au contact présentent une évolution fluctuante de leurs performances mécaniques (Figure 44). Elle comprend une première phase de consolidation jusqu'à 1000h d'exposition, suivie par une phase de dégradation de 1000h à 3000h et la deuxième phase de consolidation apparait de 3000h à 10000h. La première phase de consolidation jusqu'à 1000h d'exposition est expliquée par le phénomène de post-réticulation de la résine saturée tandis que la phase de dégradation de 1000h à 3000h s'explique

par une absorption d'eau du PRFC moulé au contact due à la microfissuration de la matrice consécutive à une température élevée de post-réticulation. Par ailleurs, le coefficient de dilatation thermique du PRFC moulé au contact est plus du double de celui du PRFC préfabriqué. Une plus grande dilatation thermique du PRFC moulé au contact peut créer des microfissurations additionnelles en plus des microfissures dues à l'absorption d'eau. La deuxième phase de consolidation est liée à la post-réticulation occupant une plus grande proportion par rapport à la dégradation de matrice ou de l'interface fibre matrice due à l'absorption d'eau. A la fin du vieillissement hygrothermique, le module de Young et la résistance en traction des PRFC moulés au contact ont été augmentés respectivement de 10% et 20 % (Cromwell et al, 2011) .

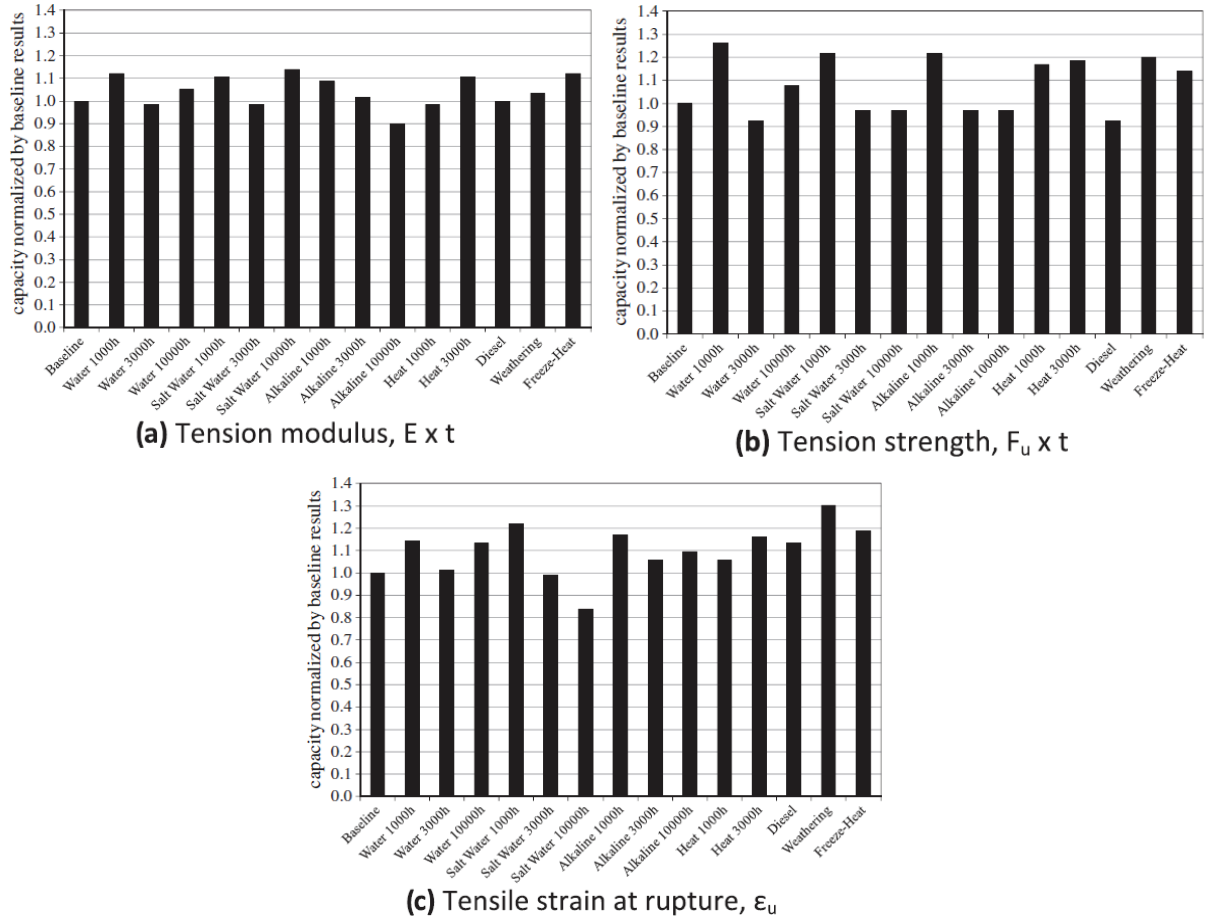
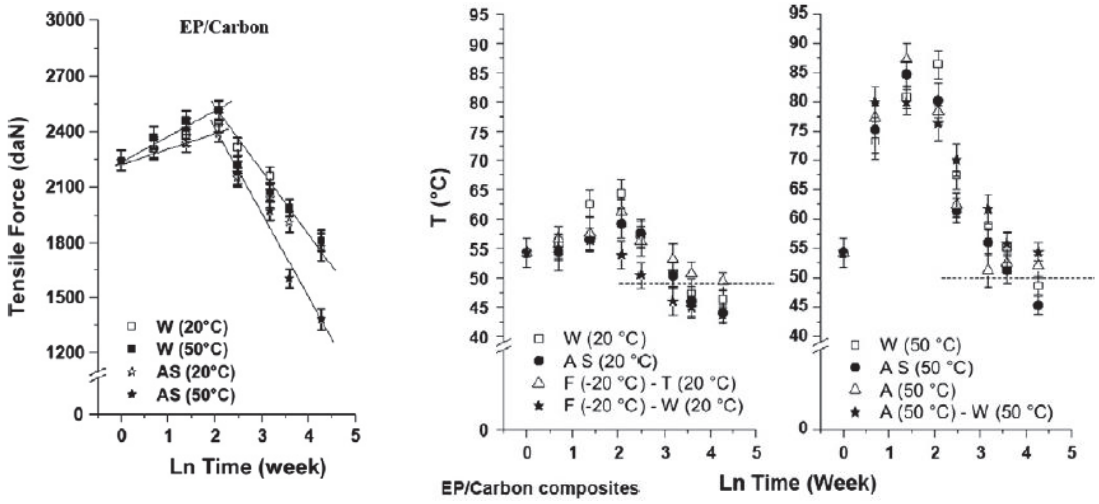


Figure 44 – Propriétés mécaniques de PRFC moulé au contact suivant les conditions de vieillissement(Cromwell et al,2011) :(a)rigidité (b) effort ultime par unité de largeur (c)déformation à la rupture

Marouani et al (2012) ont étudié la durabilité de PRFC moulés au contact par une résine époxyde dans des conditions diverses : dans de l'eau à 20ºC (W20ºC) , dans de l'eau à 50ºC (W50ºC), dans une solution alcaline à 20ºC (AS20ºC), dans une solution alcaline à 50ºC (AS50ºC), sous une température de 50ºC (A50ºC), dans les cycles d'A50ºC et de W50ºC, dans les cycles de gel-dégel (F(-20ºC)-T20ºC), dans les cycles de gel-eau (F(-20ºC)-W20ºC).

Les évolutions des forces ultimes en traction des composites en fonction du temps montrent deux phases dans le vieillissement hygrothermique des PRFC. La première est la « phase de consolidation » montrant une augmentation de la force de traction, suivie par une « phase de dégradation » associée à une chute drastique des propriétés mécaniques (Figure 45a*)*. La première phase de consolidation peut être expliquée par le phénomène de post-réticulation

et la présence d'un gradient de température qui a réactivé des mobilités moléculaires. Cette phase souligne l'effet couplé temps-température : l'augmentation de la force de traction dans cette phase est plus grande lorsque la température est élevée. La deuxième phase, celle de dégradation est celle où les phénomènes d'hydrolyse et de plastification dominent. Ces phénomènes provoquent des microfissures matricielles permettant à l'eau de pénétrer dans l'interface fibre –matrice. Cela affaiblit l'adhésion fibre/matrice. Par conséquent, le décollage entre la matrice et les fibres s'est produit (Marouani et al, 2012).



(a) *(b)*

Figure 45 – Force ultime en traction en fonction de temps (a) et température de transition vitreuse en fonction de temps (b) (Marouani et al, 2012)

Le comportement en traction des PRFC dans les conditions de vieillissement accéléré est relativement comparable avec l'évolution de la température de transition vitreuse Tg (Figure 45b*)*. A la fin de la période du vieillissement, les forces ultimes en traction et les modules des PRFC ont fortement diminué par rapport à la période initiale. De plus, la phase de consolidation dans le cas de cycles gel/dégel et gel/eau est presque absente, ces conditions d'exposition n'étant pas favorables pour le processus de la post- réticulation (Tableau 7). Dans la plupart des phases de consolidation, quand elles existent, les vieillissements accélérés ont augmenté le module d'Young des PRFC. Les propriétés mécaniques de PRFC de la phase de consolidation évoluent plus fortement dans le cas de fortes températures (50°). Par ailleurs, pour la phase de dégradation, plus la température est élevée, plus la diminution des performances mécaniques est marquée (Marouani et al, 2012).

Tableau 7 – Pourcentage d'évolution des modules d'élasticités mesurés après les vieillissements accélérés (Marouani et al, 2012)

Retention (%)	Consolidation phase		Degradation phase	
	VE–carbon	EP–carbon	VE–carbon	EP–carbon
W (20 °C)	+02.6	+07.2	−19.9	−22.8
W (50 °C)[a]	+13.2	+16.0	−19.1	−35.0
AS (20 °C)	+01.6	+04.6	−18.7	−24.7
AS (50 °C)[b]	+13.9	+11.0	−21.8	−36.2
A (50 °C)	+19.6	+21.0	−19.2	−14.7
A (50 °C)–W (50 °C)[c]	+12.7	+16.0	−27.7	−33.4
F (−20 °C)–T (20 °C)[c]	–	–	−24.6	−26.0
F (−20 °C)–W (20 °C)[c]	–	–	−35.5	−28.1

Selon la recherche de Marouani et al (2012), le mode de rupture des échantillons en traction varie au cours du processus de vieillissement. Une rupture fragile est observée pour les éprouvettes non vieillies ainsi que pour les éprouvettes vieillies jusqu'à 24 semaines. Cette rupture fragile provient de la fissuration de la matrice et de la rupture des fibres et en même temps. Une légère décohésion fibre-matrice et un glissement des fibres sont à noter. En présence d'une température élevée et d'alcalins, la matrice gonfle et plastifie, entrainant des microfissures sur la surface des composites par lesquelles l'eau et la solution alcaline peuvent pénétrer et atteindre à l'interface fibre/ matrice. Le glissement des fibres devient alors le principal mode de rupture des éprouvettes de 36 et 72 semaines.

Figure 46 – Modes de rupture après l'essai en traction : composite de carbone – époxyde (solution alcaline 50°C) (Marouani et al, 2012)

Le Tableau 8 présente une synthèse des recherches sur le vieillissement accéléré de PRFC.

Tableau 8 –Synthèse des résultats sur les vieillissements des PRFC

Matériau	Echantillon	Vieillissement	Essai	Résultats	Référence
Plaque et fabrication de PRFC unidirectionnel Résine saturée (proportion de 4/1)	25,4x254 mm ASTM D3039	Hygrothermique : 100% RH et 38°C Temps de 1000, 3000 et 10000 heures	Traction : Vitesse de 2 mm/min	PRFC de fabrication: σ_u: +26,1% (1000h), -7,7% (3000h), +7,7% (10000h) E: +12% (1000h), -1,72% (3000h), +5,17% (10000h) ε_u: +14% (1000h), +0,94% (3000h), +13,2% (10000h)	Cromwell et al.(2011)
PRFC de fabrication	25x250 mm ISO 527-1	Hygrothermique : 100% RH et 20°C	Traction :	Hygrothermique: Deux phases de consolidation et de	Marouani et al., (2012)

Matériau	Echantillon	Vieillissement	Essai	Résultats	Référence
unidirectionnelle Résine de vinylester (VE) et époxy (EP)		100% RH et 50°C Temps de 18 mois Cycles: Air (50°C) – eau (50°C) Gel (-20°C) – dégel (20°C) Gel (-20°C) – eau (20°C) Chaque cycle d'une semaine	Vitesse de 1 mm/min	dégradation du module et de la force ultime en traction Avantage pour le phénomène du post - réticulation Cycles: Une seule phase de dégradation du module et de la force ultime en traction Pas favorable pour le post -réticulation	
Fibre de carbone de HTS40-6k (traitement par silane) Résine de polyamide 6	Spécimen en forme d'haltères (GB/T 1040:2-2006)	Hygrothermique : 100% RH et 20°C de 1896h 100% RH et 40°C de 37 jours 100% RH et 60°C de 27 jours	Traction Vitesse de 5 mm/min	Résine: σ_u: -50% (336 jours) E: -60% (336 jours) ε_u: +100% (336 jours) Composite: σ_u: -50% (336 jours) E: -40% (336 jours) ε_u: +4% (336 jours) Seule phase de dégradation	Sang et al., (2018)
PRFC de pultrusion unidirectionnelle Résine époxyde	25x250 mm Séchage sous température de 60°pendant 2 jours	Hygrothermique dans l'eau distillée pendant 180 jours: 100% RH et 23°C 100% RH et 40°C 100% RH et 60°C	Flexion de résine avec vitesse de 1 mm/min Traction de CRFC avec Vitesse de 5 mm/min	Résine: σ_u: -12% (11 mois) E: -23% (40°C) - 34%(23°C) (11 mois) Composite: σ_u: -6,9% (23°C), 3.6% (40°C), 22.6% (60°C) E: pas de changes significatives Evolution variable	Hong et al (2018)

- ***Vieillissement naturel de PRFC***

Dans le cas du vieillissement naturel, la combinaison des effets de la température, de l'humidité, des radiations d'UV, de l'oxydation provoque des dégradations des PRFC. Les

modifications d'apparence sur la surface se manifestent par la disparition de la transparence et de la surface vernissée. Ces modifications apparaissent plus couramment pour les plaques de PRFC de résine époxyde (Figure 47). Ces changements renforcent l'hypothèse de photo – détérioration de composites de matrice époxyde. Les rayons du soleil provoquent la séparation des chaines du polymère qui affecte les propriétés des réseaux de la matrice, et entraine la dégradation des composites. L'humidité environnementale augmente la proportion de détérioration (Marouani et al, 2012)

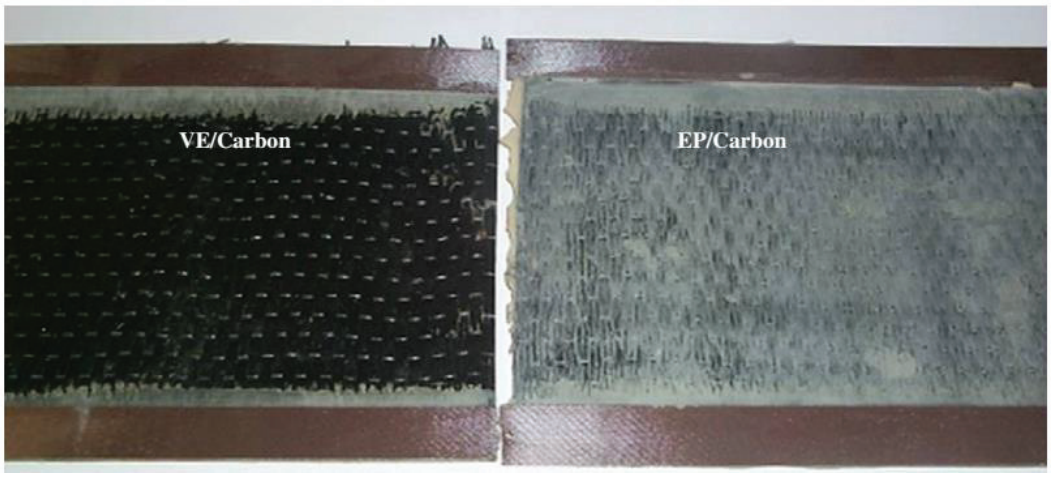
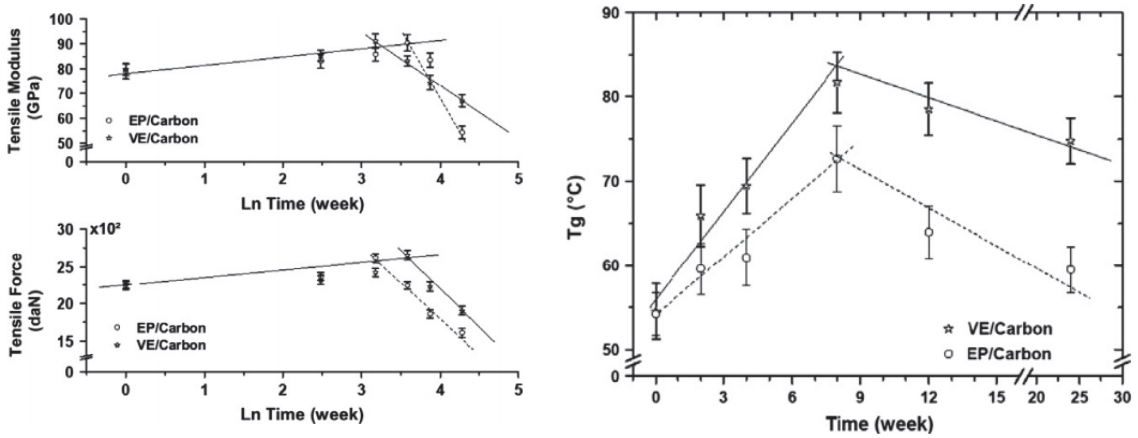


Figure 47 – Influence du vieillissement naturel sur la surface des plaques de composites (Marouani et al, 2012)

En observant les graphiques d'évolution des propriétés mécaniques, les composites exposés à l'extérieur montrent aussi les deux phases de consolidation et dégradation. Cependant la phase de consolidation se produit plus lentement que lors des tests accélérés.



(a) *(b)*

Figure 48 – Force ultime en traction, module en traction et température de transition vitreuse en fonction du temps de vieillissement naturel (Marouani et al, 2012)

Nishizaki et al (2005) ont réalisé des études de vieillissement naturel au Japon et au Canada pendant 10 années (climat froid (Sherbrooke, Canada), climat modéré (Tsukaba, Japon), climat côtier subtropical (Okinawa, Japon)). Des fibres de carbone unidirectionnelles et des résines époxy de types A et B (produits commerciaux) ont été utilisés pour fabriquer les divers composites et les éprouvettes de résine. Les composites se composent d'un, trois ou quatre plis avec les fibres disposées dans la direction longitudinale. Un dernier composite comprend quatre plis orientés à de ±45° par rapport à la direction longitudinale de l'éprouvette. Les résines et les composites ont été caractérisés en traction, torsion et en flexion.

Les deux types de résine, quel que soit le lieu du vieillissement (Japon et Canada), présentent une diminution significative de la contrainte en flexion suivant le temps du vieillissement naturel (Tableau 9 et le Tableau 10).

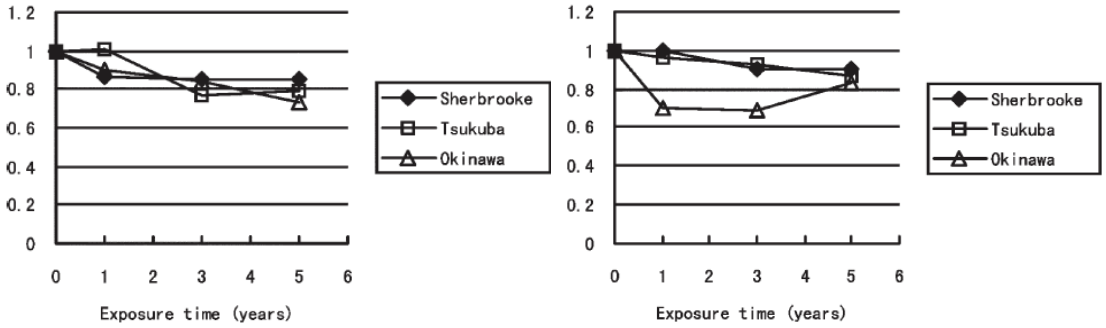
Tableau 9 –Résistance en flexion de la résine A (MPa)

	Sherbrooke	Tsukuba	Okinawa	Average	Ratio
Initial	96.1	96.1	96.1	96.1	1.00
1 year	94.7	58.6	56.7	70.0	0.73
3 years	69.6	86.1	81.2	79.0	0.82
5 years	75.9	50.6	81.6	69.4	0.72

Tableau 10 –Résistance en flexion de la résine B (MPa)

	Sherbrooke	Tsukuba	Okinawa	Average	Ratio
Initial	106.6	106.6	106.6	106.6	1.00
1 year	61.9	74.8	70.3	69.0	0.65
3 years	55.3	65.8	58.5	59.9	0.56
5 years	59.0	63.8	51.5	58.1	0.55

Pour le vieillissement de l'interface fibre/matrice, la diminution de la résistance au cisaillement fibre/matrice (environ de 20% - Figure 49) est plus faible que celle des résines (de 28% à 45% - Tableau 9, Tableau 10).



(a) PRFC de résine A *(b) PRFC de résine B*

Figure 49 – Résistance au cisaillement fibre/matrice normalisée suivant le temps d'exposition (Nishizaki et al. 2005)

Les résultats des essais de traction sur composite ont montré des évolutions fluctuantes de la résistance en traction en fonction du temps d'exposition. La résistance en traction des PRFC diminuent légèrement lors des trois premières années dans les régions japonaises. Il existe une phase d'augmentation de la résistance en traction de 3 jusqu'à 5 années. A Sherbrooke (Canada), la phase de consolidation commence après 1 année et la diminution de la résistance en traction s'observe de 1 an jusqu'à 5 ans (Nishizaki et al, 2005).

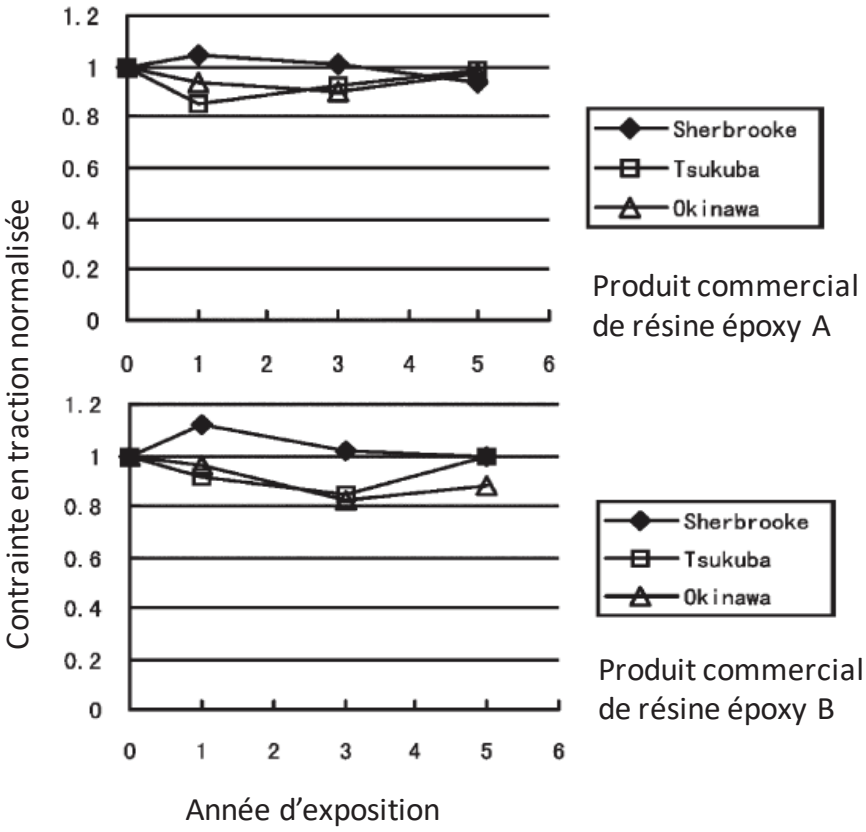


Figure 50 – Résistance de traction normalisée de composites suivant le temps d'exposition (Nishizaki et al, 2005)

Nishizaki et al (2005) ont démontré que les dégradations sont principalement localisées dans les résines et à l'interface fibre/matrice. L'évolution des propriétés mécaniques de PRFC et des résines dépend clairement des climats de chaque région. Le climat côtier subtropical (Okinawa, Japon), à la température moyenne modérée de 22,4°C et à l'humidité élevée (Pluviométrie de 2036mm par année), est proche du vieillissement hygrothermique et est défavorable aux PRFC de résine B. Par contre, le climat froid (Sherbrooke, Canada), à la faible température moyenne de 4,1°C et l'humidité modérée (Pluviométrie de 1084mm par année), est comparable au vieillissement des cycles de gel-dégel ayant des effets négligeables sur les PRFC.

1.2.5.2. Vieillissement des composites à matrice Polymère, Renforcés par des Fibres de Lin (PRFL)

- ***Vieillissement accéléré de PRFL***

Comme pour les composites à fibres synthétiques, l'humidité est le facteur de vieillissement le plus important pour les PRFL. Toutefois la nature hydrophile des fibres naturelles les rend beaucoup plus sensibles à l'humidité que les composites à renfort de fibres synthétiques. La cellulose des fibres de lin est résistante à l'hydrolyse et aux alcalins. Les hémicelluloses sont hydrophiles et peuvent être hydrolysées par des acides et des bases. Les hémicelluloses de la paroi végétale sont les responsables de l'absorption de l'humidité dans les fibres naturelles. La morphologie souvent creuse des fibres permet de transporter des particules d'eau (Yan et al, 2014) (Azwa et al, 2013). L'absorption d'eau réduit aussi directement l'adhérence fibre-matrice. Lorsqu'un composite PRFL est exposé à l'humidité, l'eau pénètre et se fixe sur les groupes hydrophiles des fibres. Une liaison hydrogène intermoléculaire formée

va rompre les liaisons qui assurent l'adhérence fibre-matrice. Ce phénomène est d'autant plus important que les matrices de PRFL ont une nature chimique hydrophobe. De plus, sous l'effet de l'absorption d'eau, les fibres de lin gonflées vont créer des concentrations de contraintes locales dans la matrice qui peuvent mener à des microfissurations (Azwa et al, 2013) (Figure 51).

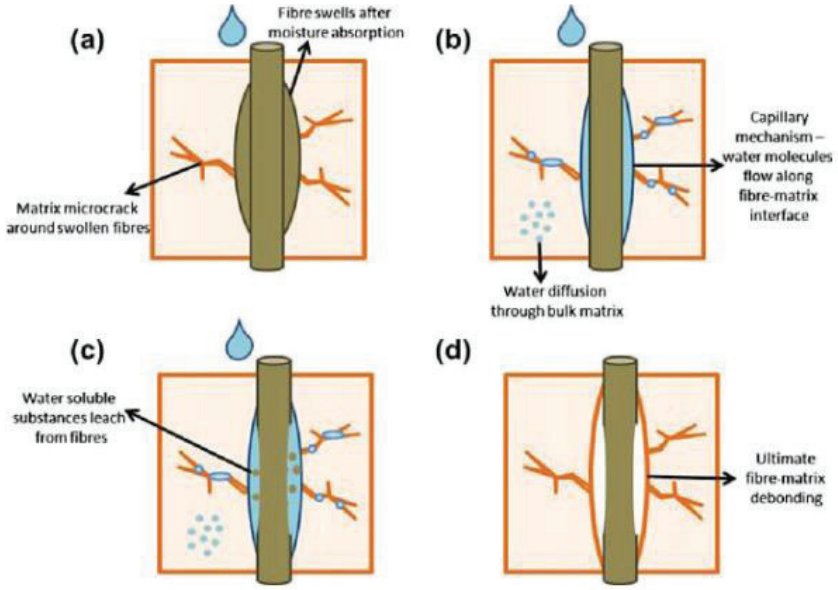


Figure 51 – Effet de l'absorption d'eau sur l'interface fibre-matrice (Azwa et al, 2013)

Assarar et al (2011) ont mené la comparaison de l'influence du vieillissement en immersion dans l'eau sur les composites renforcés par fibres de verre et fibres de lin. Cette étude confirme la sensibilité des fibres de lin à l'absorption d'eau. En effet, la prise en eau pour les composites de verre se stabilise vers 1% de masse, tandis que celle pour les composites de lin est de 13.5%. De plus, après 40 jours d'exposition, le module des composites de lin diminue de 40% environ. Et la résistance en traction diminue aussi de 15% et la déformation ultime augmente de 60%. Pour des composites de verre, le module a légèrement diminué (<8%) et la résistance a baissé 10%.

Scida et al (2013) ont décrit l'influence du vieillissement hygrothermique sur les propriétés mécaniques des PRFL unidirectionnels en résine époxyde, soumis à une humidité relative (RH) de 90% , et à une température de 20 et 40°C. L'absorption en eau suit un comportement fickien. Deux mois après le vieillissement, il apparait que le module d'Young des composites a diminué de 60% tandis que la résistance en traction a chuté de 14% pour les deux températures. La diminution de ces deux propriétés pourrait être expliquée par une réorientation des micro-fibrilles de lin et par l'effet de plastification de la matrice, à cause de l'absorption d'eau. Le comportement initial des composites présente une partie initiale linéaire élastique, suivie d'un adoucissement et ensuite d'une partie finale linaire. En revanche, pour les composites vieillis, après la partie initiale linéaire (OA), les courbes sont décrites par deux parties linéaires. La partie AD correspondant à une étape de baisse de la rigidité, suivie par une augmentation modérée de la pente de la courbe jusqu'à la rupture (DE). Ce comportement, en trois phases linéaires, a aussi été observé pour les fibres de lin seules par Baley (2002). Le comportement des composites vieillis pourrait s'expliquer par une réorientation collective des micro-fibrilles de lin stimulée par l'absorption d'humidité (Scida et al, 2013).

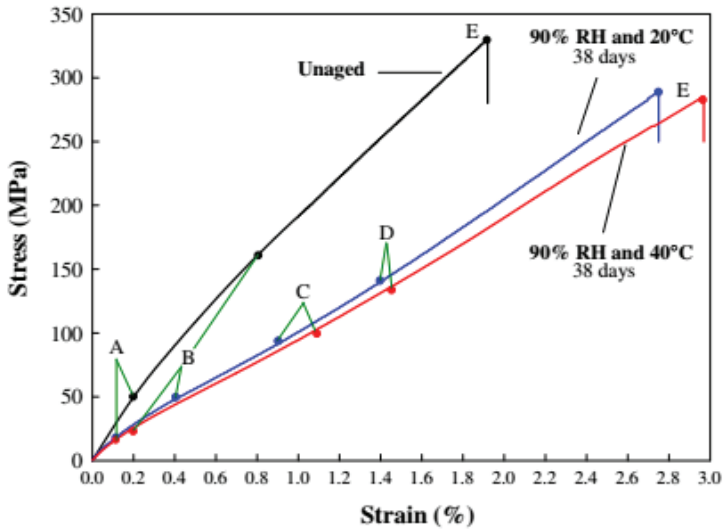


Figure 52 – Réponse contrainte-déformation en traction pour PRFL (Scida et al, 2013)

La Figure 53 présente les évolutions rapides du module d'Young et de la résistance en traction de PRFL immergés dans de l'eau à 20ºC et à 40ºC. Après environ 40 jours de vieillissement hygrothermique, les modules d'Young chutent de 50% et les résistances en traction diminuent de 12 %. La température plus élevée de l'eau accélère la dégradation du composite de fibres de lin. Ce résultat est expliqué par un degré de diffusion plus élevé dans l'eau à haute température (Scida et al, 2013).

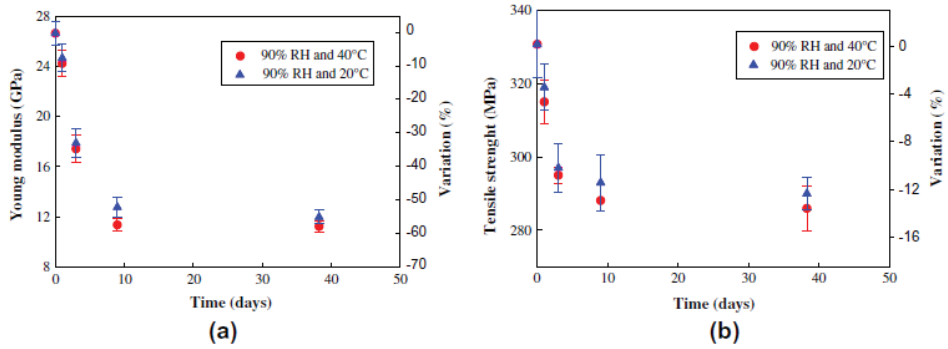


Figure 53 – Evolutions des propriétés mécaniques du composite à base de fibres de lin exposé au vieillissement hygrothermique (Scida et al. 2013)

Yan et Bing (2016) ont étudié la durabilité de PRFL moulés par transfert de résine sous vide de fibres de lin unidirectionnelles et de résine époxyde. Trois conditions de vieillissement accéléré ont été choisies: l'immersion dans l'eau déionisée à 23°C, à 37.8°C et à 60°C pendant 17 semaines. Pour la résistance, il apparait trois évolutions différentes : une seule phase de consolidation pour la température de 23°C, une première phase de consolidation aux pics (1 semaine pour la température de 60°C et 3 semaines pour température de 37,8°C) suivie par une deuxième phase de dégradation jusqu'à 17 semaines pour les deux autres températures de 37.8°C et 60°C. De plus, les modules de PRFL présentent seulement une faible diminution à 17 semaines. Les phases de consolidation des trois conditions du vieillissement sont expliquées par l'amélioration du frottement fibre/matrice au premier temps du vieillissement par gonflement de la couche de cellulose (S2) dans l'eau. L'absorption d'eau a pour effet de plastifier la matrice et de dégrader l'interface fibre/matrice conduisant aux phases de dégradation de la résistance en traction et du module (Yan et Bing, 2016). Les évolutions de prise de masse ont confirmé le rôle de la température dans la cinétique du vieillissement hygrothermique de PRFL. La recherche d'Yan et Bing (2016) a confirmé aussi que plus le

coefficient de diffusion d'une éprouvette de PRFL est grande, plus les propriétés mécaniques du PRFL chutent.

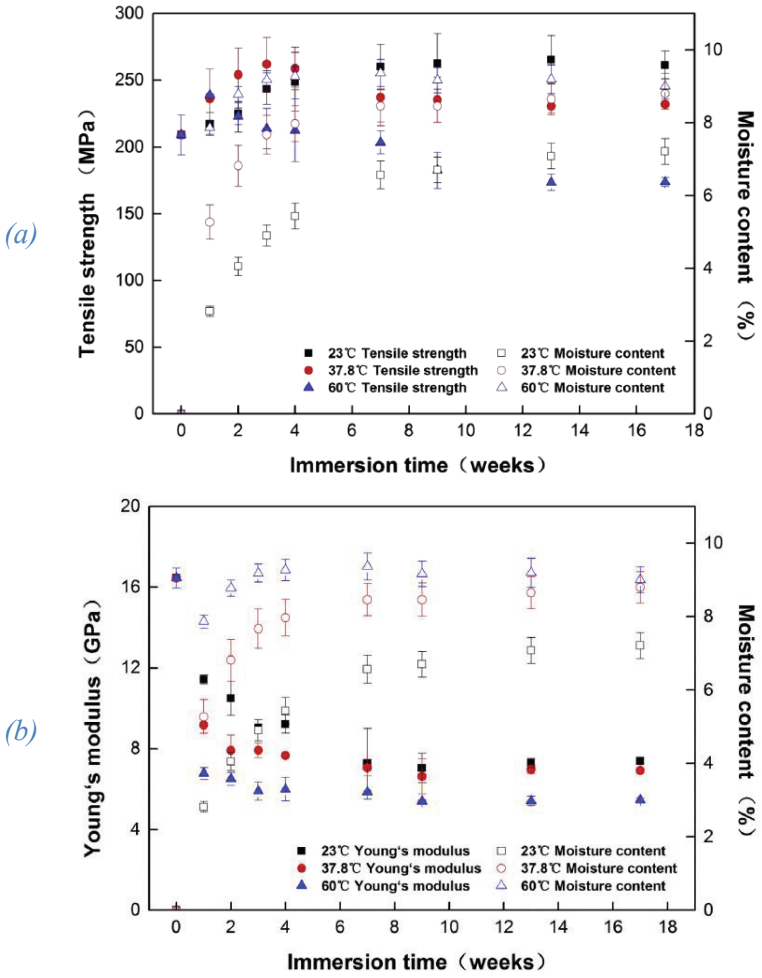


Figure 54 – Evolutions de la résistance et du module de PRFL sous les vieillissements hygrothermiques (Yan et Bing, 2016)

- ***Vieillissement naturel de PRFL***

Rouch (2018) a étudié la durabilité des PRFL exposés au vieillissement naturel pendant 24 mois. Les PRFL ont été fabriqués avec les fibres de lin quasi unidirectionnelles et une résine polyester par la méthode d'infusion sous vide. Ces plaques de PRFL ont été exposées au vieillissement dans la région de Rochefort (17, France). Les modules ont plutôt diminué de 3 mois à 24 mois tandis que la résistance en traction et la déformation à la rupture fluctuent. Après 24 mois du vieillissement naturel, il n'y a pas eu de diminution significative des modules et de la résistance. Pendant les 12 premiers mois, il apparait seulement une dégradation des fibres de lin et l'interface fibre/matrice est intacte. Par la suite, la combinaison des détériorations des fibres de lin et de l'interface fibre/matrice conduisent à diminuer la rigidité du composite. La résistance en traction augmente jusqu'à 6 mois du fait du gonflement de fibres et elle diminue successivement en raison de la réduction de la résistance des fibres.

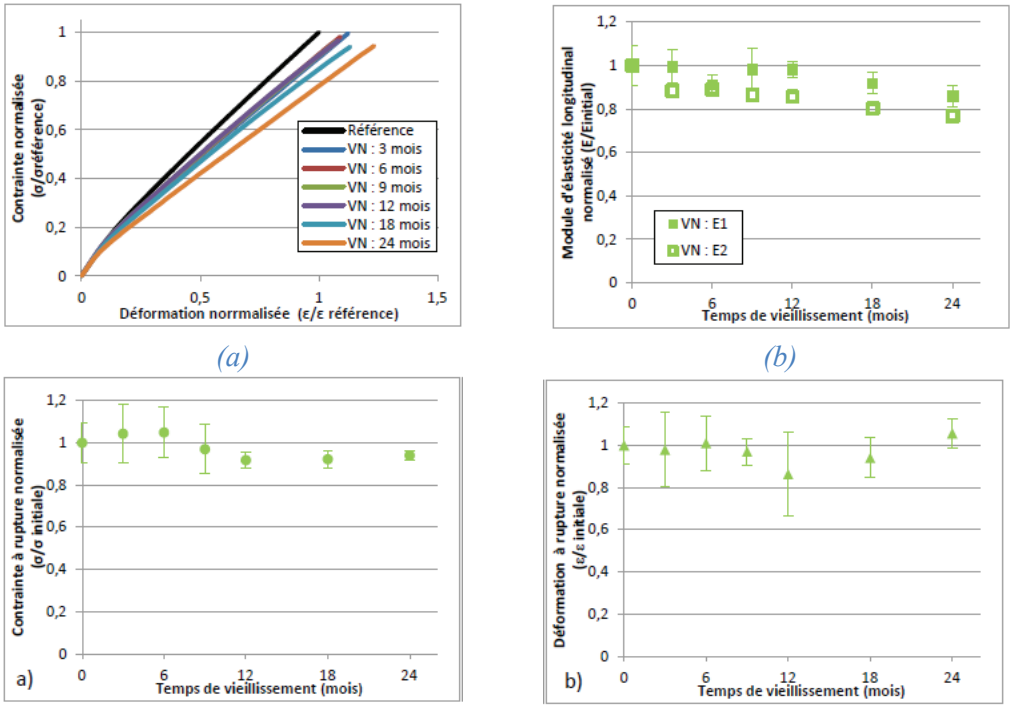


Figure 55 – Evolutions de la contrainte et du module de PRFL exposé au vieillissement naturel (Rouch, 2018)

Hallonet et al (2019) ont fait des études de la durabilité des PRFL exposés au climat dans la région de Villeurbanne/ Lyon pendant 12 mois. Les plaques de PRFL ont été fabriquées par la méthode du moulage au contact à base d'une résine époxyde et de trois couches des fibres de lin unidirectionnelles. Après 12 mois d'exposition, le comportement de PRFL reste non linéaire tout comme les résultats de Rouch (2018). La Figure 56 montre les courbes des propriétés mécaniques de PRFL en fonction du temps. La résistance en traction, la force par unité de largeur et la déformation à rupture n'ont pas une diminution significative après 12 mois. En revanche, le module tend à diminuer en lien avec la plastification de la résine (Hallonet et al, 2019).

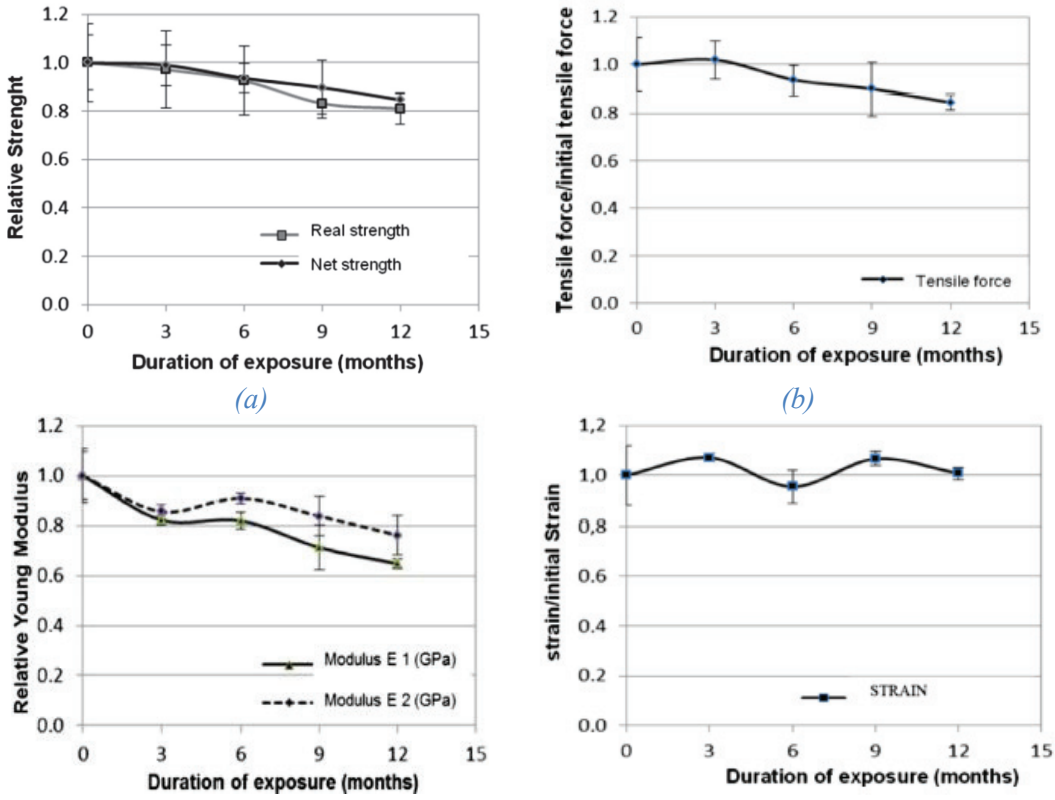


Figure 56 –Evolution des performances mécaniques de PRFL sous vieillissement naturel (Hallonet et al, 2019)

Le Tableau 11 présente les évolutions des propriétés mécaniques pour quelques composites à base de fibres naturelles soumis à des vieillissements accélérés et naturels

Tableau 11 –Synthèse des résultats de vieillissement de PRFL

Matériau	Echantillon	Vieillissement	Essai	Résultats	Référence
-fibre de lin et de verre -Deux plis - Résine de vinylester	ASTMD638 25mm x 165mm	VA : Air sec, eau, eau salée (à solution 3,5%) Alcaline(PH=12 ,5) Température de 20°C, 50°C, 60°C VN : environnement extérieur	Temps de 500, 1000, 2000, 3000 heures Essai de traction uni axiale	PRFL : $\sigma_{traction}$: -12%, -29%, -32% (eau) -19%, -31%, -35% (eau salée) -26%, -41%, -51% (alcaline) $E_{elastique}^{initial}$: -20%(alcaline) Comportement bilinéaire	(Hristozov et al. 2017)
Résines d'Araldite - fibres de lin de 180 g/ m2 - 11 plis et fraction	ASTM D3039 : 20 mmx 200 mm	Humidité (RH) de 90% Températures (20°C et 40° C)	Temps de 38 jours Test de traction: vitesse de 2mm/min	RH 90%/20°C et 40°C : E_{Young} : -33%(3 jours), -55% (58 jours) $\sigma_{traction}$: -10% (3 jours), -12% (38 jours)	(Scida et al. 2013)

Matériau	Echantillon	Vieillissement	Essai	Résultats	Référence
volumique de 44%				$\varepsilon_{traction}$: +10%(3 jours), + 74% (38 jours)	
Fibre du lin Fibre de verre Résine époxy	20x200 mm ASTM D410	Immersion dans l'eau à température ambiante	Temps de 40 jours Traction Vitesse de 0,5 mm/min	PRFL: σ_u: -15%, E de: -40% ε_u: +60% Composite du verre: σ_u: -25%, E de: -9% εu de: -10%	Assarar et al.(2011)
Fibre du lin Résine époxy	250 x 25 x 5.2 mm3 ASTM D3039	Vieillissement climatique accéléré sous rayons ultraviolets	Temps de 1500h Traction Vitesse de 2 mm/min	PRFL: σ_u: -30%, E: -34.9% ε_u: -30%	Yan et al (2015)
Fibre de lin Résine époxyde	Moulage par transfert de résine sous vide 250 x 15 x 2,5 mm^3	Immersion dans l'eau désionisée à 23°C , 37.8°C et 60°C pendant 17 semaines	ASTM-D3039 e ASTM-D2344, Traction Vitesse de 1mm/min	<u>Evolution de la résistance:</u> une seule phase de consolidation pour la température de 23°C ; deux phase de consolidation et dégradation pour les températures de 37.8°C et de 60°C <u>Evolution du module:</u> une seule phase de dégradation pour toutes température	Yan et Bing (2016)
Fibre de lin Résine polyester	Fabrication par infusion sous vide 250 x 25 x 3 mm^3	VA :70 jours Immersion dans l'eau distillée à température de 23ºC et 70ºC Vieillissement thermique par étuvage à sec à 70°C (<5% RH) <u>VN :</u> Vieillissement naturel, 24mois à Rochefort (17, France).	Traction Vitesse de 1mm/min	RH 100%/23ºC : σ_u: +20%, E: -30% ε_u: +100% RH 100%/70ºC : σ_u: -20%, E: -55% ε_u: +100% VN : Evolution variable σ_u: -5%, E: -20% ε_u: +5%	Rouch (2018)

Matériau	Echantillon	Vieillissement	Essai	Résultats	Référence
Fibre de lin Résine époxyde	Moulage au contact 250 x 25 mm^3	Vieillissement naturel, 12 mois à Villeurbanne, Lyon	ISO-527-1 Traction Vitesse de 1mm/min	VN : σ_u : tendance à diminuer, E: -20% ε_u : évolution variable, pas de changement significatif	Hallonet et al (2019)

- ***Conclusion sur les mécanismes de vieillissement des composites***

- Le vieillissement naturel est une combinaison de plusieurs facteurs comme la température, l'humidité, les UV, l'oxygène, etc.

- La température modérée et le temps sont rarement problématiques, en l'absence d'autres facteurs influents. En revanche, la température accélère les cinétiques de dégradation, quand celle-ci se produit.

- Des facteurs extérieurs tels que les UV, le contact avec l'eau ou l'oxygène, peuvent activer ou accélérer les phénomènes de vieillissement des polymères.

- La résistance à la traction, le module d'Young et la température de transition vitreuse Tg sont les meilleurs indicateurs directs de la durabilité des composites (Marouani et al, 2012).

- Les vieillissements des composites à base de fibres de carbone résultent du vieillissement des matrices et du vieillissement de l'interface fibre/matrice tandis que les vieillissements des composites à base de fibres de lin proviennent du vieillissement des matrices, du vieillissement de l'interface fibre/matrice et du vieillissement de la fibre de lin.

Pour faire suite à ces études sur le vieillissement des composites, la partie suivante présente les études sur le vieillissement de l'interface composite/béton.

1.2.6. Vieillissement de l'interface composite/béton

Les assemblages collés composite/ béton sont soumis à diverses sollicitations environnementales, en plus des contraintes mécaniques lorsqu'ils sont en condition de service. Comme pour les composites seuls, l'humidité et la température des sollicitations environnementales sont deux facteurs importants pour la durabilité de l'interface composite/ béton. Ces sollicitations modifient les interactions interfaciales et affectent négativement les forces d'adhésion des assemblages collés composite /béton. La résistance mécanique des assemblages collés et leur durée de vie s'en trouvent diminués. Dans la suite de ce paragraphe, les généralités du vieillissement de l'interface composite/ substrat sont premièrement abordées, ensuite seront précisées les spécificités liées à l'emploi d'un substrat en béton.

1.2.6.1. Généralités sur le vieillissement d'une interface composite/substrat

Le vieillissement d'une interface composite/substrat met en jeu la plastification des matrices des composites ainsi que la dégradation des liaisons entre le substrat et les matrices des composites sous l'effet de l'humidité et de la température. Les phénomènes de la plastification et de l'abaissement de T_g des matrices ont été mentionnés dans le paragraphe

1.2.2.3. Ce paragraphe se focalisera principalement sur le vieillissement de l'interface composite/substrat sous l'effet de l'humidité et de la température.

L'interface entre le composite et le substrat est la zone où s'établissent les liaisons physiques ou chimiques et où s'opère l'ancrage mécanique. Cette zone est une voie de diffusion d'eau par phénomène de capillarité (Zanni et al, 1995). En effet, l'énergie du substrat peut être élevée favorisant ainsi les interactions eau/substrat aux dépens des interactions composite/substrat. Cet effet devient particulièrement probable quand des sites polaires hydrophiles sont abondants au niveau des surfaces.

Les matrices des composites jouent le rôle d'une membrane entre le milieu extérieur et les irrégularités à la surface du substrat. Les défauts à l'interface (bulles d'air, porosités) et les gonflements différentiels entre la résine du composite et le substrat provoquent un gradient de concentration d'eau et une pression osmotique élevée entre l'interface et le reste de la résine. L'accumulation d'eau fragilise la zone interfaciale et augmente le risque de décohésion au niveau de l'interface (Bistac et al, 1998) (Figure 57). Ce phénomène sera mis en évidence avec les substrats à base de ciment (tels que le béton), car les ions alcalins augmenteront la pression osmotique et donneront la priorité à la diffusion de l'eau du centre du substrat vers l'interface.

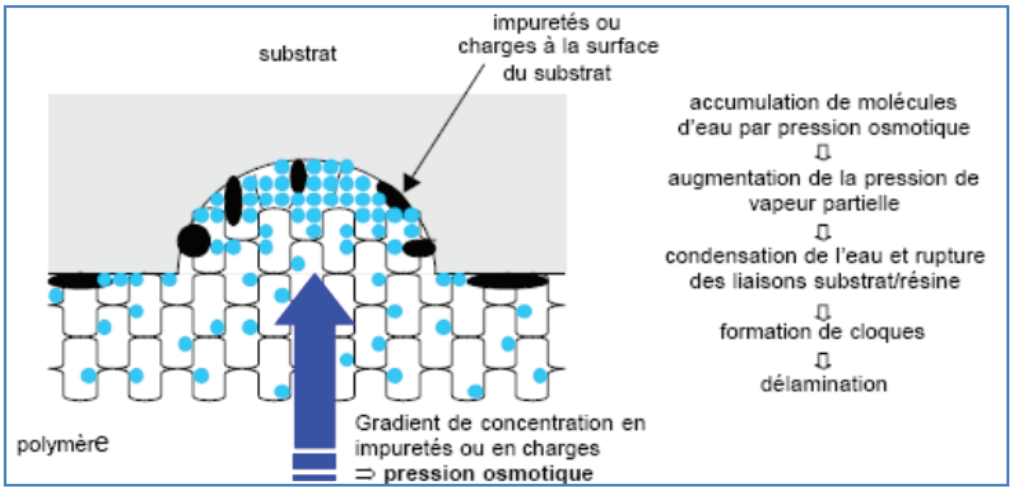


Figure 57 – Schéma montrant la formation de cloques au niveau de l'interface (Bistac et al, 1998)

1.2.6.2. Vieillissement de l'interface composite/béton

Lors de la mise en œuvre du composite sur le béton, les conditions de température et d'humidité du support ainsi que l'état du support participent à la réalisation d'une bonne interface.

Marouani et al (2008) ont évalué l'influence de la température du béton sur la capacité adhésive des composites renforcés. Quand la température initiale du béton augmente, les valeurs de la résistance à l'arrachement et de la profondeur de la surface de rupture augmentent également. Lors de l'élévation de la température de 20°C à 40°C, on observe que la résistance à l'arrachement augmente de 35%.

Dans la recherche de Benzarti et al (2011) suite à un vieillissement hygrothermique (humidité de 95% et température de 40°C), la résistance à l'arrachement du composite collé sur un béton dont la surface a été sablée et non carbonatée est plus grande que celle obtenue si le même composite est collé sur un béton dont la surface est préparée par abrasion (sans carbonatation). En ajoutant un traitement de carbonatation superficielle de surface du béton, les propriétés de l'interface composite/ béton sont peu impactées par le vieillissement hydrique.

L'humidité est un facteur important pour une dégradation marquée de l'interface composite parmi les trois facteurs ci-dessus. La durabilité spécifique de l'interface composite-béton a été étudiée par plusieurs chercheurs. Sen (2015) a retenu deux conditions particulièrement néfastes pour l'interface composite/béton : l'immersion dans l'eau à température élevée et l'exposition à l'environnement haute humidité et température élevée. Pour obtenir une dégradation marquée de l'interface composite/béton sous un vieillissement accéléré du type hygrothermique, une température plus élevée que la température de transition vitreuse de matrices est recommandée. Karbhari et Ghosh (2009) ont conclu que la diffusion d'eau et les caractéristiques en traction du composite de renforcement ne se corrèlent pas directement à la durabilité d'une interface composite/béton.

Karbhari et al (2009) ont examiné l'évolution de l'interface de composites PRFC et de Composites, à matrice polymère, Renforcés par Fibres de Verre stratifiés au contact et préfabriqués lorsqu'ils sont soumis à des immersions en solutions aqueuses, à des environnements humides, à des cycles de gel-dégel sur plus de 24 mois en réalisant des essais de pastillage. La détérioration la plus marquée est observée pour les cycles gel/dégel qui occasionnent une chute de 50% de la force d'arrachage.

Benzarti et al (2011) montrent que l'humidité présente à l'interface composite-béton provient en grande partie de la diffusion de l'eau dans le support béton. Un gel-coat en surface du composite ne pourra donc que partiellement protéger l'interface de l'humidité extérieure. Lors de tests de cisaillement, le mode de rupture évolue d'une rupture dans le support béton, vers une rupture et/ou un décollement du composite. Le composite et l'interface subissent tous les deux des dégradations par plastification. L'endommagement des échantillons non carbonatés est lié à la diffusion humide de la surface du béton vers les joints adhésifs. En revanche, le processus de la diffusion humide est empêché par la carbonatation de la surface du béton (Figure 58a,b). Dans le cas d'un collage de composite à base de fibres de carbone sur la surface du béton par stratification au contact, la résistance au cisaillement ne change plus après 201 jours de vieillissement tandis que la longueur efficace de transfert de charge en cisaillement du composite au béton augmente de 90 mm à 200mm (Figure 58c,d). La dégradation de l'interface composite/béton provoque des ruptures successives à partir du côté soumis à la charge de cisaillement jusqu'au côté libre de l'interface composite/béton (Benzarti et al, 2011).

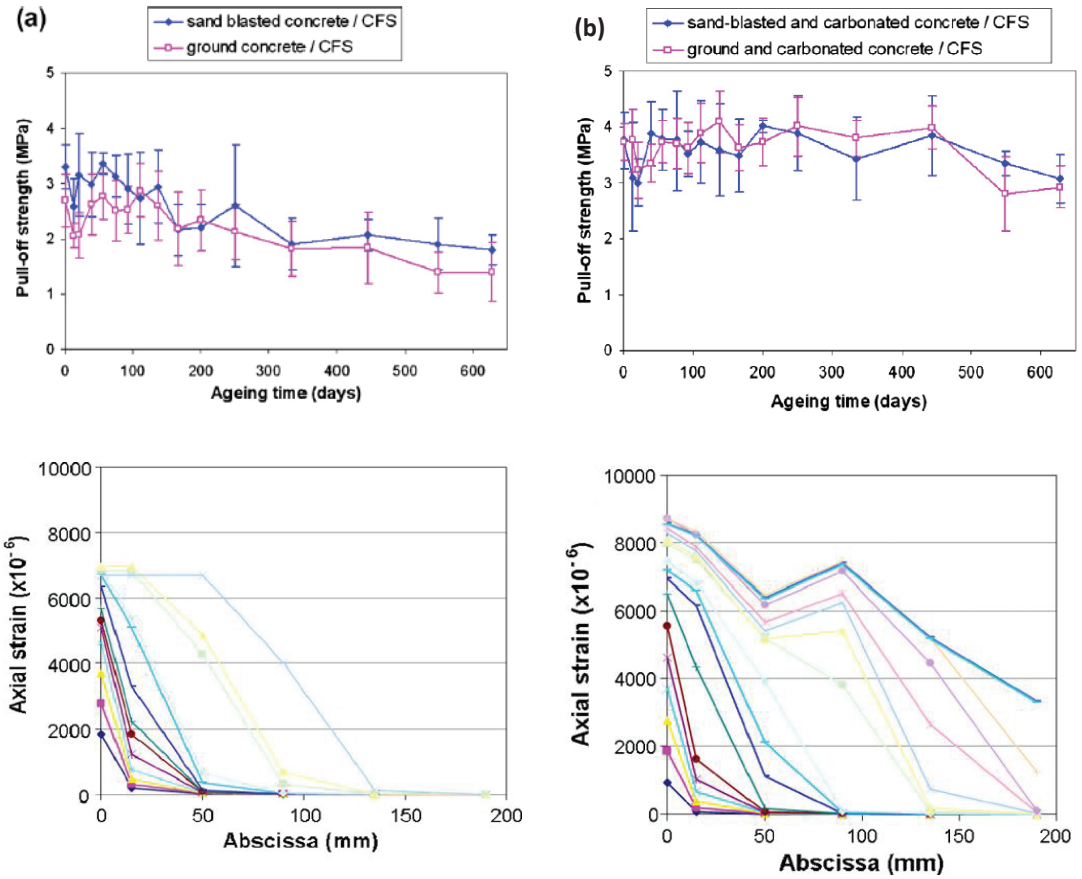
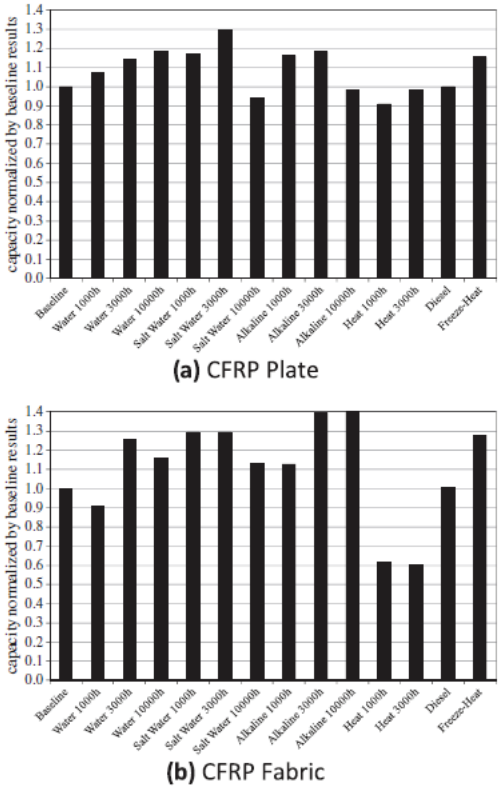
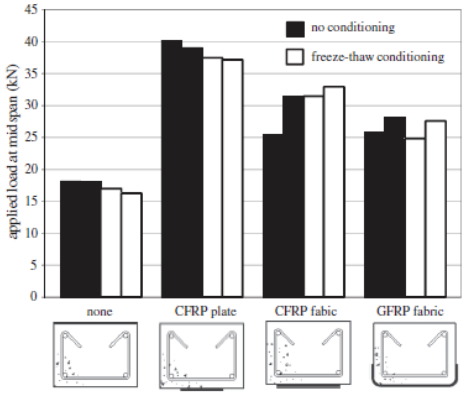


Figure 58 –(a)(b) Résistance à l'arrachement selon le temps vieilli pour 4 modèles d'interface béton-composite (c)(d) évolution de profile de déformation de l'interface entre le composite de carbone/résine époxyde et le béton ; CFS –collage par mouillage au contact (Benzarti et al, 2011)

Cromwell et al (2011) ont étudié les vieillissements de l'interface entre des composites à base de fibres de carbone (CFRP) et de verre (GFRP) et de résines époxydes et du béton sous les conditions du vieillissement suivantes: l'immersion dans l'eau à 38°C, dans l'eau salée à 22°C, une exposition alcaline à 22°C, une exposition en chaleur sèche, une exposition aux Gasoil à 22°C, une exposition environnementale, une exposition au gel – chaleur, une exposition au gel – dégel. Des tests de double cisaillement et de flexion trois points sont utilisés pour mesurer les évolutions des propriétés mécaniques et observer les modes de rupture des éprouvettes après vieillissement. En se basant sur les résultats des essais de double cisaillement, ces conditions de vieillissement n'ont pas changé considérablement le mode de rupture qui reste une rupture cohésive dans le béton pour les composites préfabriqués. La résistance en cisaillement de l'interface composite/béton a augmenté au cours des 10000 h d'exposition à l'eau à 38°C (Figure 59a). Cette tendance a été expliquée par la polymérisation continue de la matrice à 38°C (température de fabrication et de vieillissement identiques). Les deux conditions les plus défavorables pour les CFRP préfabriqués sont l'immersion en eau salée pendant 10000h et l'exposition à une température de 60°C (supérieure à la T_g) pendant 1000h. Un phénomène de plastification de la matrice peut expliquer les dégradations de l'interface composite/béton pour ces deux conditions de vieillissement. Pour les composites moulés au contact, ils ont présenté des évolutions fluctuantes lors de l'immersion dans de l'eau à 38°C (Figure 59b). Leur dégradation la plus significative est consécutive à une exposition à la chaleur à 60°C. Pour les

essais en flexion des poutres soumises à la condition de gel-dégel de 20 cycles, les forces à rupture diminuent de 6% pour l'interface CFRP préfabriqué/béton. En revanche, il apparait une amélioration légère pour l'interface CFRP moulés au contact/béton.





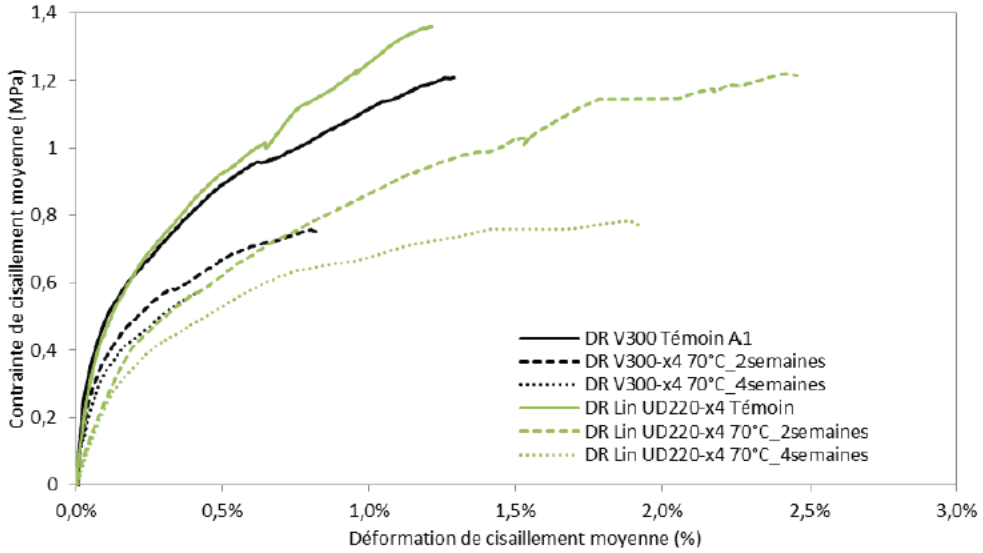
(c) Résultats de test en flexion

Figure 59 – Résultats des essais de l'interface composite/béton : (a,b) résultats des essais de double cisaillement (c) résultats du test en flexion de trois points

Les recherches sur l'interface entre un composite de lin et du béton sont assez limitées. Hallonet (2016) a fait des études sur la durabilité de l'interface entre les composites à base de fibres de lin avec résine époxyde et le béton par des essais de double cisaillement et d'arrachement. Les composites de lin préfabriqués et stratifiés au contact sont collés sur le substrat. Des dallettes renforcées par le composite de lin sont exposées à un vieillissement thermique cyclique (température entre -20°C et 60°C et humidité relative entre 20% et 95% HR). Lors des essais d'arrachement, une rupture cohésive dans le béton s'est produite pour toutes les périodes de vieillissement et les résistances à l'arrachement n'ont pas changé significativement. D'autres échantillons de double cisaillement ont été immergés dans de l'eau à 70°C. Après 4 semaines d'exposition, l'essai de double cisaillement occasionne une rupture en traction du composite moulé au contact et une rupture adhésive à l'interface colle/composite pour le composite préfabriqué(Figure 60a,b). Par ailleurs, les échantillons non – vieillis ont rompu dans le béton pour les deux types de composites. Ces différents modes de rupture sont expliqués par la dégradation plus marquée des composites de lin stratifiés au contact par rapport à celle des composites de lin préfabriqués. En plus, l'interface composite/béton se dégrade à l'immersion dans l'eau à 70°C.

(a) Lin UD220-x4
(4semaines – eau 70°C)

(b) Préfabriqué Lin
(4 semaines –eau à 70°C)



(d) Evolution du comportement en cisaillement de l'interface composite de lin/béton après immersion dans l'eau à 70°C

Figure 60 – Résultats des essais de double cisaillement : (a,b) modes de rupture (c) Comportement en cisaillement de l'interface composite/béton (Hallonet, 2016)

Les contraintes en cisaillement maximales et les modules élastiques de l'interface composite/béton ont diminué après 4 semaines d'immersion à 70°C. En revanche, les valeurs de déformation ont augmenté à partir de 2 semaines d'immersion.

En conclusion, un vieillissement hygrothermique conduit à une dégradation de l'interface composite/béton. Plus la température de l'eau est élevée, plus la dégradation de l'interface composite/béton est marquée.

1.3. APPORT DES ESSAIS ACOUSTIQUES SUR LE SUIVI DU VIEILLISSEMENT DES COMPOSITES

Ce paragraphe présente les résultats des études du vieillissement de composites ayant eu recours à la technique d'émission acoustique (EA).

La première partie présente la position de l'EA dans la famille des essais non destructifs et les principes généraux de l'EA. La deuxième partie présente une synthèse de l'état de l'art des études sur l'EA appliquée au vieillissement des composites.

1.3.1. Généralités sur l'émission acoustique

1.3.1.1. Introduction des essais non destructifs

Les essais non destructifs sont largement appliqués pour obtenir des informations sur le comportement interne des matériaux sans leur causer d'importants endommagements. Pour les matériaux composites, les essais non destructifs sont utilisés non seulement pour le contrôle de leur qualité de fabrication mais aussi pour la reconnaissance de leurs dommages en service. Nicolas Terrien (Cetim) a fait une synthèse des essais non destructifs appliqués aux matériaux composites (Figure 61). Les contrôles par radiographie et tomographie permettent l'observation de l'orientation des fibres, des vides et des inclusions. Les contrôles par ultrasons et thermographie sont appropriés pour suivre les délaminages et les décollements. Par rapport aux essais non destructifs mentionnés ci-dessus, la particularité de l'EA est d'être une méthode passive, permettant de détecter les discontinuités évolutives au cours d'une sollicitation d'origine mécanique, thermique ou chimique.

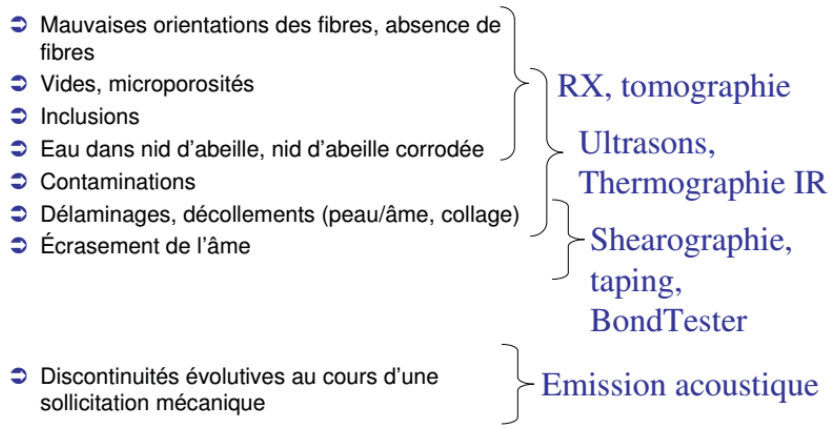


Figure 61 – Synthèse des techniques non destructives pour le domaine des matériaux composites (Nicolas Terrien -Cetim)

1.3.1.2. Emission acoustique

Depuis 1960, l'EA est couramment appliquée dans de nombreuses industries : fabrication, génie civil, industrie aérospatiale, génie des matériaux (Gholizadeh et al, 2015). En génie civil, l'EA permet d'évaluer l'intégrité de structures ou de localiser zone de dommages particulière. Grâce à la technique d'EA, les premières fissures sont détectées plus tôt en temps réel dans plusieurs structures : pont en béton ou en béton armé, pont en béton précontraint, système de tuyauterie en métal, structure bois.

Selon l'AFNOR (NF EN 1330-9, 2017) « le phénomène d'émission acoustique correspond à un phénomène de libération d'énergie élastique sous forme d'ondes élastiques transitoires au sein d'un matériau ayant des processus dynamiques de déformation ». L'utilisation de l'EA a pour but d'étudier les mécanismes d'endommagement d'un matériau en temps réel. La Figure 58 présente globalement une mesure d'EA sur une éprouvette sollicitée en traction simple. Tout d'abord, lorsqu'un mécanisme de rupture se produit au sein d'un matériau, il se crée localement une discontinuité du champ des déplacements et des contraintes. Cette discontinuité appelée événement devient la source d'une onde de déformation qui se propage dans le matériau (Sause, 2016). À la surface du matériau, un capteur d'EA adapté traduit l'onde reçue en un signal électrique ou salve d'EA. Ces salves sont ensuite amplifiées par les préamplicateurs, puis enregistrées par le système d'acquisition d'EA. Le traitement des

signaux ou des données enregistrées a pour objectif d'identifier les types de dommage ou de donner un diagnostic du niveau d'endommagement (Marec et al, 2008).

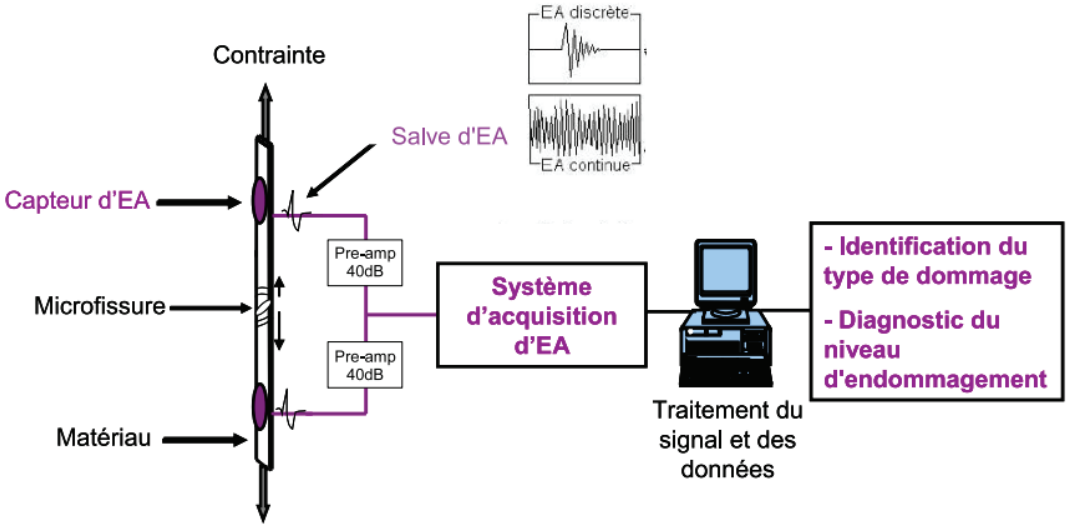


Figure 62 – Schéma de l'essai d'émission acoustique (Marec et al, 2008)

La technique d'EA présente des avantages et des inconvénients. Cette technique est totalement passive et elle ne crée aucune influence sur le fonctionnement des structures. Elle permet de détecter et localiser des défauts évolutifs et d'analyser des structures en temps réel. Elle est utilisée pour prévenir les risques industriels et contrôler les structures en service. De plus, l'EA a pour but de diagnostic de la sévérité de l'endommagement. Mais l'EA consiste à enregistrer des signaux émis par le matériau lors de la sollicitation. Les études montrent qu'établir une correspondance entre les signaux et la source (l'endommagement) qui les a provoqués peut-être complexe. Cette étape de traitement nécessite une attention particulière.

1.3.1.3. Sources d'EA et atténuation du signal d'EA pour les matériaux composites

Les sources d'EA pour les matériaux composites sont les divers mécanismes d'endommagement existant au sein des composites lorsqu'une sollicitation mécanique leur est appliquée. Les mécanismes d'endommagement des matériaux sont la fissuration matricielle, la décohésion de l'interface fibre/matrice, le délaminage de plis, la rupture de fibres, etc.

Pour une plaque de matériau composite, un mécanisme de rupture crée théoriquement à partir de sa position deux types d'ondes élastiques : une onde longitudinale et une onde transversale. En supposant que le plan médian de l'épaisseur de cette plaque est le plan de propagation des ondes, l'onde longitudinale se propage par l'oscillation de particules le long du plan de propagation. Pour l'onde transversale, les particules oscillent dans la direction perpendiculaire au plan de propagation. En effet, l'épaisseur de la plaque est plus faible que sa longueur et sa largeur, ces ondes élastiques se propagent au sein de cette plaque et se réfléchissent sur ses surfaces supérieure et inférieure. Ces ondes forment les ondes de Lamb, ayant la particularité d'être guidées par les deux faces de la plaque. Il existe deux modes: mode symétrique (So) et mode antisymétrique (Ao) (Figure 63). Par ailleurs, la vitesse de déplacement du mode (So) est plus grande que celle du mode (Ao) et la fréquence du mode (So) est plus élevée que celle du mode (Ao) et ces modes sont dispersifs au cours de leur propagation. Godin et al (2018) et Sause (2016) ont confirmé que l'atténuation du mode (Ao) est plus significative que celle du mode (So).

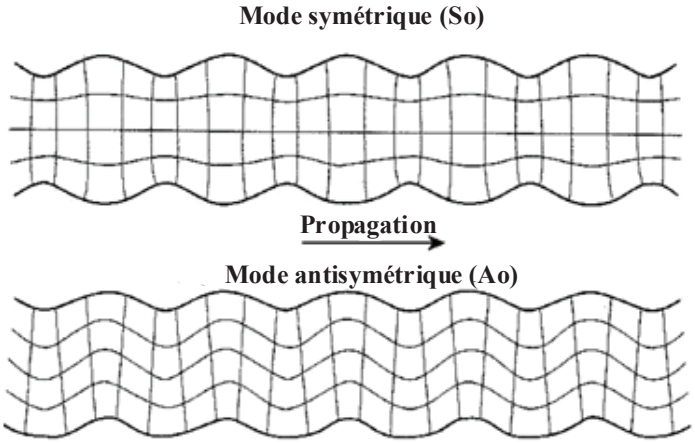


Figure 63 – Symétrique et antisymétrique onde de Lamb (Holford et Lark, 2005)

La Figure 64 présente les atténuations de deux modes (So) et (Ao) des sources d'EA (fréquence de la source de 300 kHz) pour un Polymère Renforcé par Fibres de Carbone (PRFC) et résine époxyde ($[0/90]_{6s}$). Le Tableau 12 récapitule les atténuations deux ondes de Lamb en fonction de la fréquence de la source d'EA.

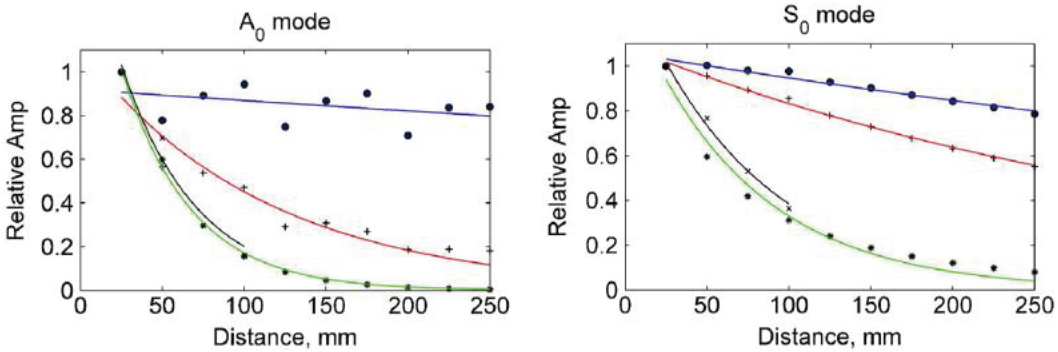


Figure 64 – Réduction de l'amplitude suivante la distance mesurée par la dispersion (bleu), la dispersion et l'absorption du matériau (rouge), la dispersion et l'absorption du matériau et la diffusion géométrique (verte), les résultats expérimentaux (noix) (Asamene et al, 2015)

Tableau 12 –Synthèse de l'atténuation de l'amplitude suivante la fréquence d'EA

Matériau	Fréquence de la source d'EA (kHz)	Coefficient de l'atténuation du mode (So) dB/m	Coefficient de l'atténuation du mode (Ao) dB/m	Référence
Fibre de verre et résine époxyde	100	135		Dokun et al (1999)
	2000	400		
Composite à base de fibres de carbone unidirectionnelles	300	27	150	Calomfire scu et Herrmann (2007)
	500	45	250	
Composite à base de fibres de carbone croisées	100	20	38	Ono and Gallego (2012)
	300		78	
	500		178	

1.3.1.4. Notion d'EA discrète

Généralement, il existe de deux types d'EA : l'émission acoustique discrète et l'émission acoustique continue. L'EA discrète repose sur l'hypothèse que chaque salve reçue correspond à un événement physique dans le matériau et que la forme de la salve est directement liée aux caractéristiques de cet événement. Chaque salve est alors décrite par des paramètres (aussi appelés descripteurs) temporels ou fréquentiels La plupart de ces paramètres sont calculés en se basant sur le seuil d'acquisition choisi. La Figure 65 et le Tableau 13 introduisent quelques paramètres temporels exploitables sur une salve d'EA discrète.

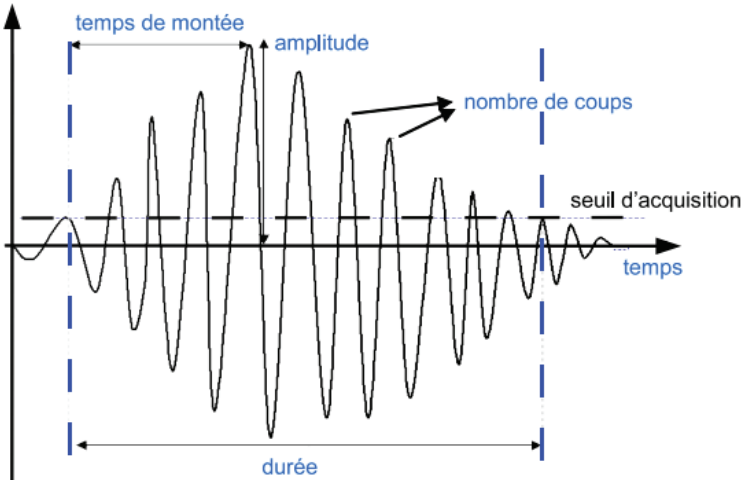


Figure 65 – Signal d'EA et ses paramètres principaux (Marec et al, 2008)

Tableau 13 – Les principaux paramètres d'EA discrète du domaine temporel

Paramètre	**Unité**	**Symbole**	**Définition**
Amplitude	dB	**A**	$dB_{EA} = 20\log(U_{max}/1\mu V) - U_{Pream}$ U_{max} est le voltage maximal détecté d'un signal, U_{pream} est le gain du préamplificateur
Temps de montée	µs	**M**	le premier d´epassement de seuil de l'amplitude maximale du signal
Durée	µs	**D**	temps entre le premier et le dernier dépassement de seuil
Nombre de coups	nombre	**N**	nombre de franchissements de seuil sur la durée du signal
Nombre de coups au pic	nombre	**NP**	nombre de franchissements de seuil par le signal entre le premier dépassement de seuil et l'amplitude maximale
Energie	unité arbitraire	**E**	aire sous l'enveloppe du signal temporel de tension
Energie absolue	aJ (1aJ= 10^{-18}J)	$\mathbf{E_{abs}}$	Intégrale du carré de la tension du salve sur sa durée
Fréquence moyenne	kHz	**FM**	le nombre de coups d'une salve divisé par sa durée

Paramètre	Unité	Symbole	Définition
Fréquence de réverbération	kHz	**FR**	FR=(N-NP)/(D-M)
Fréquence de montée	kHz	**FI**	FI=NP/M
Temps de descente	µs	**D-M**	
Temps de montée relatif		**M/D**	
Temps de montée/ descente		**M/(D-M)**	
Durée/ Amplitude	µs/dB	**D/A**	
Angle de montée	dB/µs	**AM**	(A-seuil)/M
Angle de descente	dB/µs	**AD**	(A-seuil)/(D-M)
Energie relative	aJ/dB	**E/A**	
Nombre de coups au pic relatif		**NP/N**	
Amplitude/Fréquence	dB/kHz	**A/FM**	

La transformation de Fourier, appliqué au signal temporel, permet une description dans le domaine fréquentiel (Figure 66). Le Tableau 14 synthétise les principaux paramètres du domaine fréquentiel.

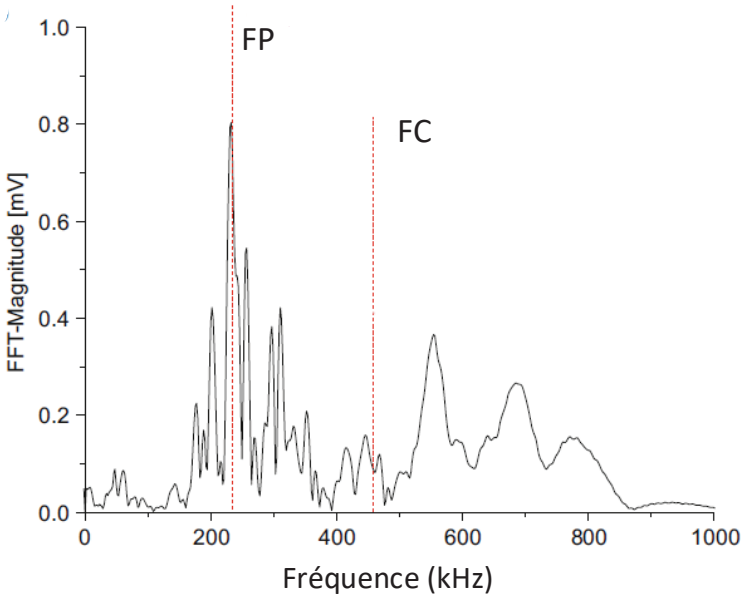


Figure 66 – Transformée de Fourier du salve d'EA (Sause, 2016)

Tableau 14 – Les principaux paramètres du domaine fréquentiel

Paramètre	Unité	Symbole	Définition
Fréquence au pic	kHz	**FP**	La fréquence correspondant au maximum d'amplitude du spectre fréquentiel
Barycentre fréquentiel	kHz	**FC**	$FC = \sum_{i=min}^{max} A_i(f_i).(f_i) / \sum_{i=min}^{max} A_i(f_i)$ A_i : Amplitude du spectre fréquentiel f_i : Fréquence
Fréquence au Pic pondérée	kHz	**FPP**	$FPP = \sqrt{FP.FC}$
Puissance partielle	%	**PP**	$PP = \int_{f1}^{f2} {A_i}^2(f_i)df / \int_{f_o}^{f_{fin}} {A_i}^2(f_i)df$ $[f_1 , f_2]$: gamme de fréquences d'intérêt $[f_o , f_{fin}]$:gamme de fréquences d'investigation

Après cette présentation du cadre général de l'EA discrète, le paragraphe suivant se concentre sur les recherches visant à identifier les mécanismes d'endommagement des composites à matrice polymère, notamment ceux ayant été soumis à un protocole de vieillissement.

1.3.2. Etudes du vieillissement des composites par émission acoustique

Le paragraphe précédent met en évidence que les paramètres décrivant un signal d'EA (descripteurs) sont nombreux. Les chercheurs décident des descripteurs avec lesquels ils souhaitent travailleur ceux qu'ils jugent les plus pertinents. Les analyses à partir d'un seul descripteur sont apparues assez tôt. Les chercheurs ont plutôt basé leurs analyses sur deux ou plusieurs descripteurs (analyse multi-variable) pour étudier les mécanismes d'endommagement des composites. Le premier paragraphe se focalise sur les émissions acoustiques des composites non vieillis et le deuxième paragraphe s'intéresse aux changements de signaux d'EA après vieillissement des composites.

1.3.2.1. Mécanismes d'endommagement des composites non vieillis

1.3.2.1.1. Analyse à partir d'un seul descripteur

Les recherches visent usuellement à corréler le comportement de la courbe du nombre de coups ou d'événements cumulés avec l'évolution des performances mécaniques lors de la sollicitation d'une éprouvette. Kuznetsova et al (2013) ont suivi le nombre de coups cumulés lors d'un essai de traction sur une éprouvette mixte fibre de verre de type S et résine epoxyde avec alliage d'Aluminium 2024-T3. L'évolution de ce paramètre se divise en quatre zones (Figure 67) : la zone A initiale où l'activité d'EA est minimale et principalement linéaire. Elle est suivie par une évolution exponentielle en zone B jusqu'au coude par l'équation (*1.8*) ; la zone C commence de la position du coude jusqu'à 90%-95% de la contrainte ultime et présente

une évolution en croissance de puissance par la fonction (*1.9*) ; la zone finale D, juste avant la rupture, montre une augmentation linéaire des activités d'EA, générées par la propagation de larges fissures et la rupture de fibres de verre et d'arrachement fibre/matrice. Le coude (Knee Point-Figure 67) déterminé par l'intersection des deux courbes exponentielle et de puissance présente une signification spécifique: le changement des mécanismes « micro-dommages » (fissuration matricielle, rupture de fibre individuelle, décohésion fibre/matrice) en mécanismes « macro-dommages » (rupture de fibres de verre, déchaussement fibre/matrice dans larges fissures).

$$N_c = Be^{\beta\varepsilon} \tag{1.8}$$

$$N_c = A\varepsilon^{\alpha} \tag{1.9}$$

Où N_c est le nombre de coups cumulés normalisés, B *et* β sont les paramètres particuliers pour le profil des activités de la zone B, A *et* α sont les paramètres particuliers pour le profil des activités de la zone C.

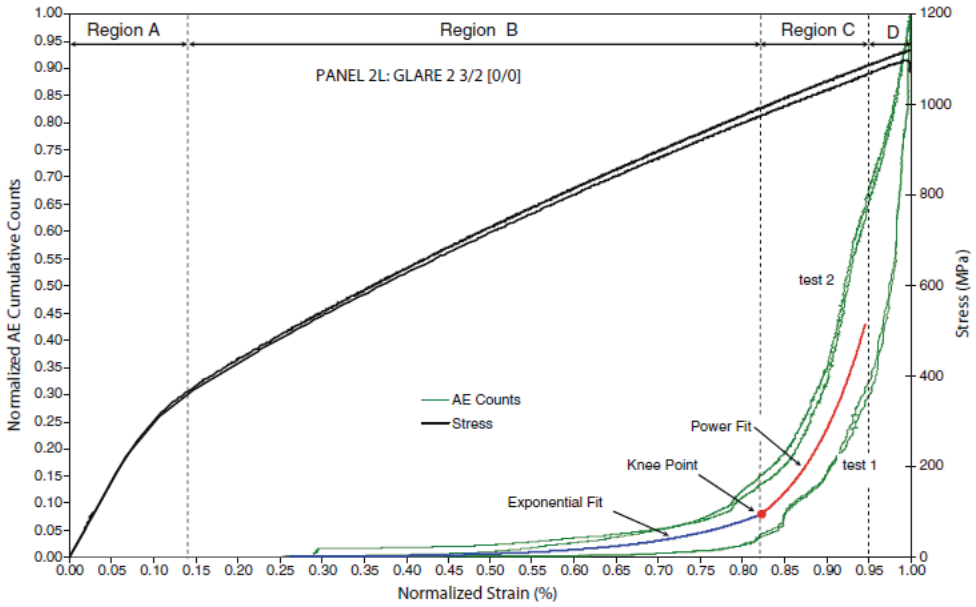
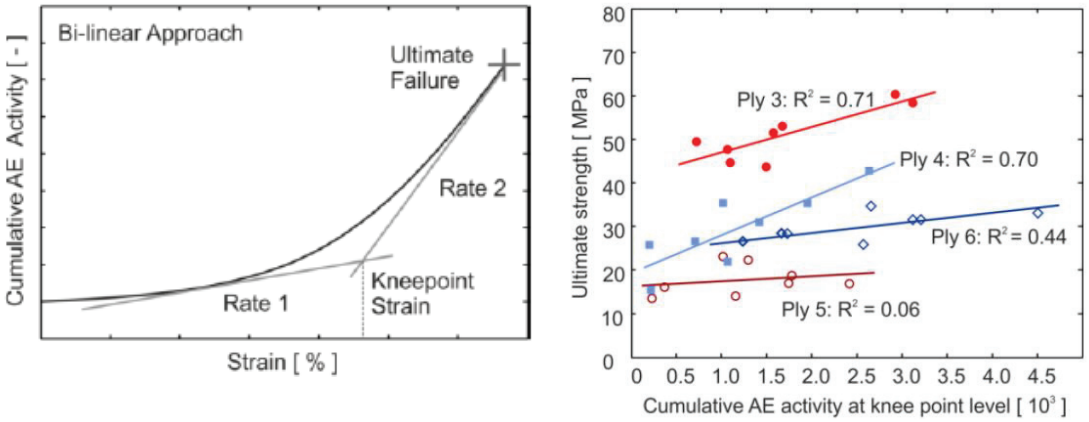


Figure 67 – Corrélation entre les courbes des coups cumulés normalisés/ déformation normalisée avec les comportements contrainte/ déformation normalisée (Kuznetsova et al, 2013)

Pour déterminer la position de ce coude sur une courbe du nombre d'événements cumulés, Baensch (2015) a proposé une approche bilinéaire en s'appuyant sur les deux tangentes à la courbe en début d'EA et à proximité de la rupture (Figure 68a). L'intersection de ces deux tangentes permet de définir l'abscisse (la déformation) du coude. Cette recherche menée sur des contreplaqués, les pentes des deux droites indiquent indirectement le taux d'augmentation des micro dommages (Rate 1) ou des macro dommages (Rate2). Par ailleurs, la corrélation entre la résistance en traction et le nombre d'événements cumulés au coude permet de discriminer la qualité de chaque type de contreplaqué : Ply 3 est celui de meilleure qualité, Ply 5 est celui de plus mauvaise qualité (Figure 68b).



(a) *(b)*

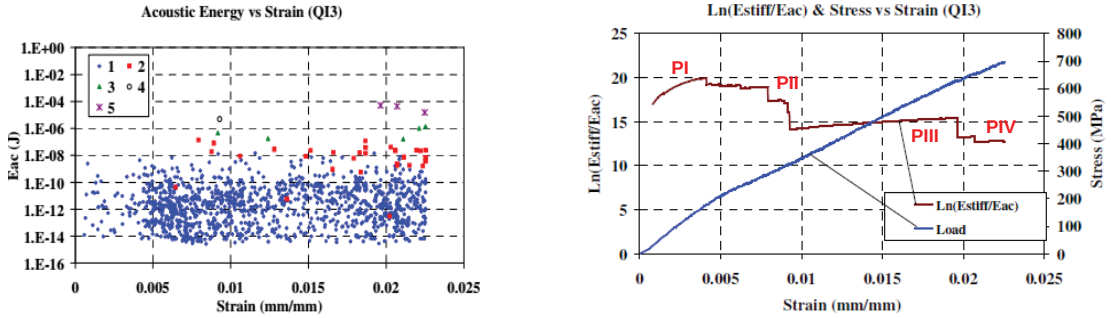
Figure 68: (a) Approche bilinéaire pour localiser le coude (b) corrélation entre la résistance de traction et le nombre d'événements cumulés (Baensch, 2015)

Zucchelli et Dal (2005) ont suivi **l'énergie acoustique** lors de la progression de l'endommagement d'un composite non vieilli à base de fibres de verre unidirectionnelles et d'une résine époxyde. Des plaques aux dimensions de 250x25x2,8 mm^3 ont été préparées et sollicitées en traction directe. Les essais d'EA ont été effectués via un périphérique PCI-DSP4 de Physical Acoustic Corporation (PAC) avec deux capteurs PAC R15. La Figure 69a présente l'énergie E_{ac} en fonction de la déformation longitudinale. La rupture de matrice, à faible énergie (énergie 1), apparait plus tôt et se prolonge jusqu'à la fin d'essai. Ensuite, le délaminage est associé à des signaux d'énergie modérée (énergies 2 et 3), à partir de la déformation de 0,0075. Enfin, les signaux de très haute énergie (énergies 4 et 5) sont émis à la fin d'essai lorsque les ruptures de fibres apparaissent. Zucchelli et Dal (2005) ont aussi proposé une autre analyse de l'équation de Sentry *(1.10)*.

$$f(x) = Ln\left[\frac{E_{stiff}(x)}{E_{ac}(x)}\right] \qquad (1.10)$$

Où Estiff est l'énergie de rigidité stockée du matériau, Eac est l'énergie libérée ou l'énergie d'EA.

Bakhtiary Davijani et al (2011) et Zucchelli et Dal (2005) ont proposé quatre états de l'évolution de la fonction Sentry. D'abord, la croissance à l'état PI provient de l'augmentation de l'énergie stockée dans le matériau. A mesure que des micro-dommages se produisent, E_{ac} augmente et la pente de PI s'adoucit. Puis, une réduction brusque à l'état PII provient d'une libération de l'énergie stockée E_{stiff} et d'une augmentation drastique de l'E_{ac} en lien avec l'apparition de macro-dommages. Si un matériau perd sa capacité de stockage de l'énergie, la fonction Sentry devient constante (état PIII), voire décroît (état PIV).



(a) *(b)*

Figure 69 – Energie d'EA et ratio des énergies suivantes la déformation (Zucchelli et Dal, 2005)

Romhány et al (2003) ont analysé **l'amplitude** des événements générés en fonction de la force en traction appliquée à un composite à base de fibres de lin et de la résine d'amidon thermoplastique. Les essais en traction sont réalisés à la vitesse de 0,5mm/minute jusqu'à rupture avec une instrumentation d'EA. Dans cette recherche, le système d'EA est composé d'un capteur piézoélectrique Micro-30D (100–600 kHz), seuil de 20 DB. Romhány et al (2003) ont divisé la courbe de force en trois plages de charge : (I) 0-0,9Fmax, (II) 0,9Fmax-Fmax, (III) Fmax-pente maximale de la courbe du nombre d'événements cumulés en fonction du temps (Figure 70). Les amplitudes ont alors été regroupées en trois plages qui reflètent les défaillances suivantes dans les fibres de lin : les événements d'amplitude <35 dB ont été attribués à la division axiale de la couche limite de pectine ; les amplitudes de 35–60 dB ont été attribuées aux microfissures transversales ; et celles > 60 dB proviennent de la rupture des fibres de lin élémentaires (Figure 71) (Figure 72).

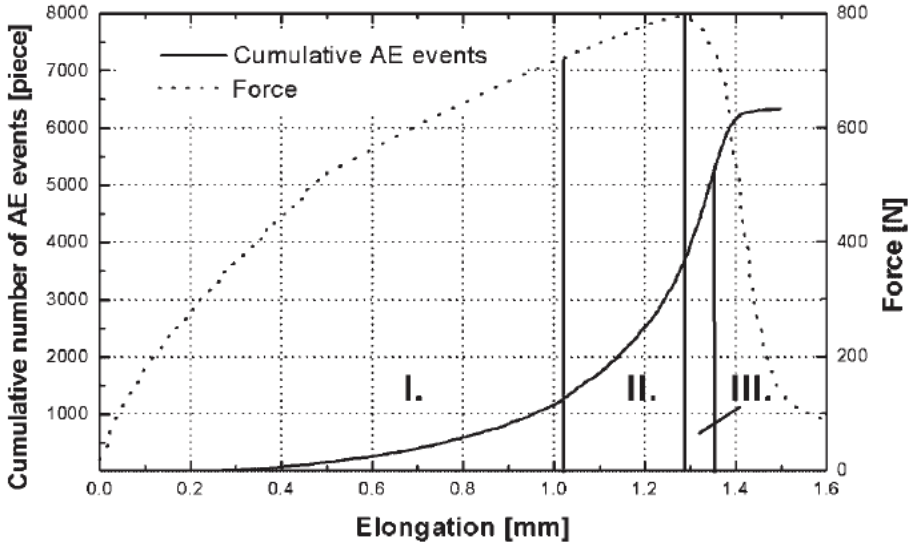


Figure 70- Phases de l'endommagement lors de la traction simple d'un composite à base de fibres de lin unidirectionnelles (fraction volumique de fibres de 40%) (Romhány et al. 2003)

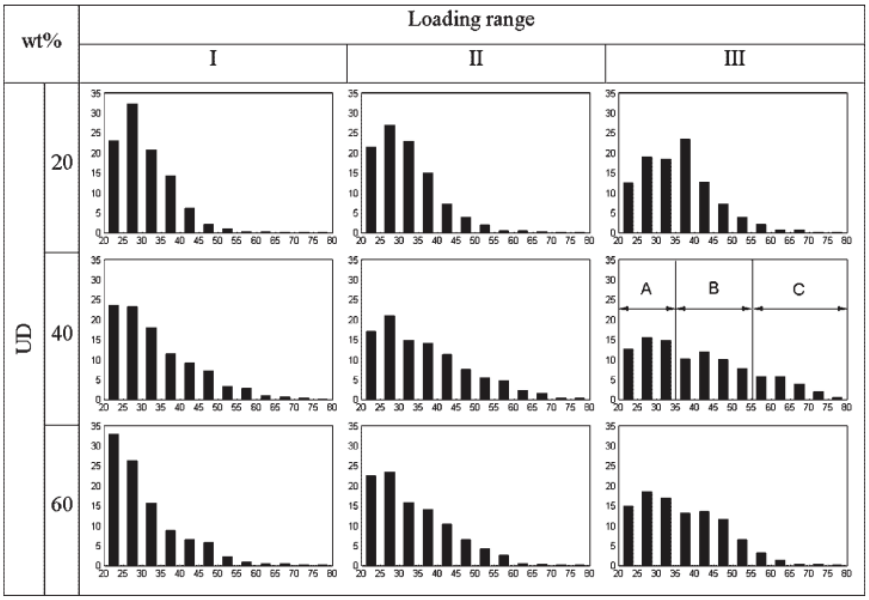


Figure 71- Distribution d'amplitude des événements AE dans les plages de charge (I, II et III) pour les composites avec renforcement UD en fonction de la teneur en lin. (Note: l'axe horizontal des diagrammes est l'amplitude [dB], le vertical est la distribution- relative [%]) (Romhány et al. 2003)

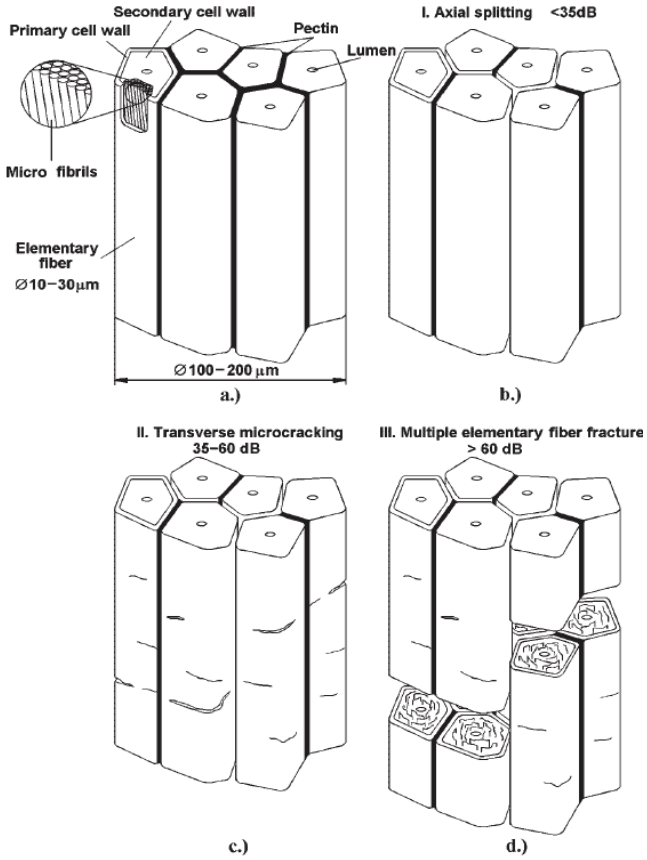


Figure 72- Différents mécanismes d'endommagement d'une mèche de fibre de lin (Romhány et al. 2003)

Le Tableau 15 présente une synthèse des modes de rupture de différents composites et répertorié les amplitudes des signaux associés dans la littérature à ces différents modes de rupture.

Tableau 15 – Synthèse des modes de ruptures des différents composites

	Romhány et Czigány (2003)	**Czigány (2006)**	**Dogossy et Czigány (2006)**
Matériaux	Fibre de lin Résine d'Amidon thermoplastique	Fibre de basalt, chanvre, verre, carbone Résine de polypropylène	Fibre de bulbes de maïs Résine polyéthylène
Rupture de matrice	25-35 dB	21-30 dB	< 25 dB
Décohésion fibre/matrice	35-55 dB	35-45 dB	
Décollement de fibres		45-60 dB	26-40 dB
Rupture de fibre	>55 dB	> 60dB	>41 dB

La définition de la b-value (1.11) a été proposée par Gutenberg–Richer. La b value est définie par la pente de la courbe entre la distribution de l'amplitude et le logarithme du nombre d'événements cumulés. Plus la b value est grande, plus le macro endommagement est prédominant (Figure 73).

$$Log_{10}(\mathrm{N}) = \mathrm{a} - \mathrm{b}.\frac{dB_{EA}}{20} \qquad (1.11)$$

N : nombre d'événements d'amplitude plus grande que dB_{EA}

dB_{EA} : l'amplitude d'un événement

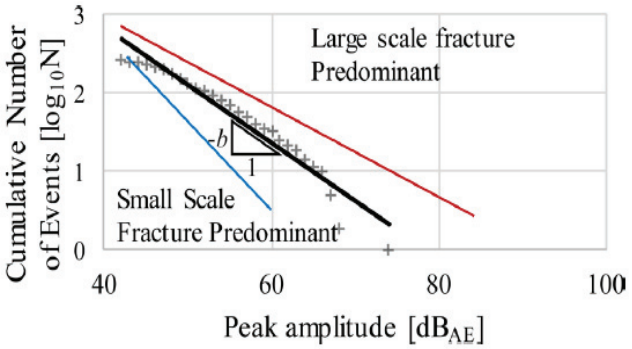


Figure 73- Définition des échelles de rupture à partir de la b value (Gutenberg–Richer)

Jung et al (2017) ont utilisé la b value pour étudier les mécanismes d'endommagement d'un composite à base de fibres de verre soumis à la traction. La Figure 74 présente l'évolution de la b value suivant le temps d'essai pour 3 capteurs situés à des positions différentes. Les chutes de b –value qui se produisent à 60%, 75% et 100% de la résistance en traction correspondent aux trois macro ruptures des fibres de verre.

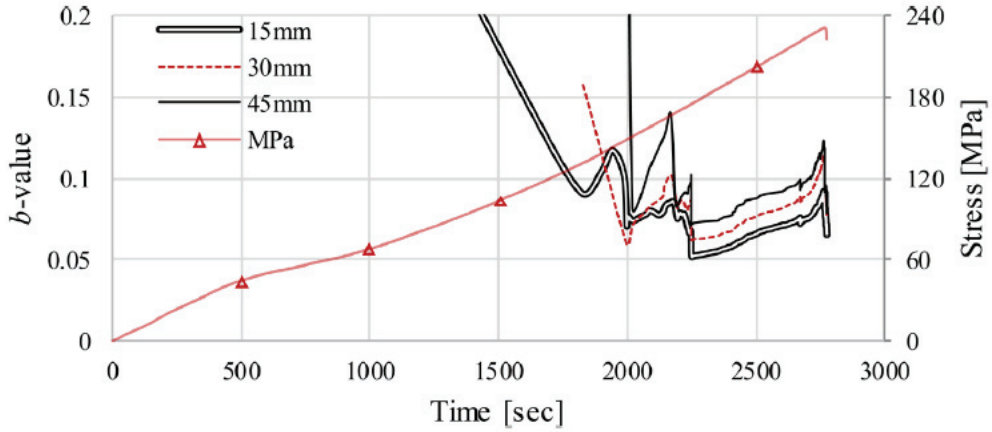


Figure 74- Evoluions de la b value suivant le temps d'essai et les différentes positions du capteur d'EA (Jung et al, 2017)

Le **Barycentre fréquentiel (FC)** a aussi été utilisé pour analyser l'endommagement d'un matériau composite. Selon Jung et al (2017) et De Groot et al (1995), la fissuration matricielle soit liée à de faibles valeurs du FC (50-320 kHz) tandis que le délaminage et le décollement fibre/matrice sont associés à des FC de 320 à 380 kHz . La rupture de fibres correspond enfin aux grandes valeurs du FC (380-480 kHz).

L'analyse d'un seul descripteur d'EA (Nombre d'événements cumulés, Amplitude, Coups, Barycentre fréquentiel...) peut discriminer les différents modes d'endommagement d'un matériau composite. Cependant, l'atténuation d'une onde d'EA au cours de sa propagation de sa source à la position d'un capteur d'EA influence les valeurs des descripteurs exploités, par exemple l'amplitude dans le paragraphe 1.3.1.3.

1.3.2.1.2. Analyse de deux descripteurs

Siron et Tsuda (2000) ont effectué pour un composite de fibres unidirectionnelles de carbone et de résine époxy (PRFC), des essais en traction et de flexion 4 points avec une instrumentation d'EA. Deux descripteurs ont été choisis : **la durée** et **l'amplitude**. La synthèse des modes d'endommagement de PRFC apparaît sur le Tableau 16: l'initiation et la propagation de la microfissuration matricielle génèrent des événements de durée faible et de faible / moyenne amplitude, l'initiation et la propagation des fissures de délaminage intra et inter-couches sont associées à des événements de durée et d'amplitude moyennes, la rupture de fibres correspond à une durée moyenne et à une amplitude plus élevée tandis que des événements de plus grande amplitude traduisent l'apparition d'une macro-fissure(Siron et Tsuda, 2000). La fissuration de la matrice apparait au début de l'endommagement de PRFC. Elle n'est généralement pas visible à l'œil et est associée à une faible réponse d'EA (faible amplitude). Lorsque la fissuration est visible, d'autres types de mécanismes de défaillance sont trouvés et la réponse de l'EA à ces mécanismes a une amplitude moyenne ou élevée. La rupture de la fibre est généralement associée à un nombre plus élevé d'événements de haute amplitude et moyenne durée puisque la rupture de la fibre se produit à l'intérieur des matériaux (Siron et Tsuda, 2000). Ativitavas (2005) ont aussi utilisé cette analyse pour suivre les endommagements d'un composite à base de fibres de verre et de résine polyester sous une sollicitation en traction. L'auteur a proposé que les longues durées sont liés à la propagation du décollement fibre/matrice et de la rupture de fibre de verre au moment de la rupture d'éprouvettes.

Tableau 16 – Corrélation entre le dommage physique, le mécanisme de fracture et les paramètres de forme d'onde AE (Siron and Tsuda, 2000)

<table>
<tr><td>Amplitude
Duration</td><td>Low
(30 - 35/40dB)</td><td>Medium
(35/40 - 80dB)</td><td colspan="2">High
(80 - 100 dB)</td></tr>
<tr><td>Low
(< 1000 µsec)</td><td><u>Domain I</u> :
onset of intra-ply matrix microcrack</td><td><u>Domain II</u> :
propagation of matrix microcrack</td><td>(80-90/95 dB)</td><td>(90/95-100dB)</td></tr>
<tr><td>Medium
(1000 << 10,000 µsec)</td><td rowspan="2"></td><td><u>Domain III</u> :
onset of delamination (initiation of transverse ply failure associated with inter-ply delamination crack)</td><td><u>Domain IV(a)</u> :
propagation of intra and inter-ply delamination crack</td><td><u>Domain IV(b)</u> :
fibre / bundle failure</td></tr>
<tr><td>High
(> 10,000 µsec)</td><td></td><td><u>Domain V</u> :
brutal propagation of macrocrack associated with large delamination crack</td></tr>
</table>

Philip et al. (2011) ont utilisé la matrice de corrélation entre 18 descripteurs du domaine temporel pour choisir deux descripteurs pertinents. La matrice de corrélation est établie en se basant sur le calcul du coefficient de corrélation linéaire de Bravais-Pearson pour un couple de descripteurs. Les deux descripteurs les moins corrélés entre eux ont été sélectionnés pour représenter les résultats obtenus. Les composites sont fabriqués à partir de fibres longues de

carbone et d'une matrice thermoplastique avec une disposition des fibres par rapport à l'axe du chargement : 0º, +/-45º, +/-67,5º, 90º. Le système d'EA se compose de capteurs résonants MICRO 80 (bande de fréquence de 150 kHz-1MHz), d'un système d'acquisition PC12, de préamplificateurs de 40 dB. Le seuil choisi est de 32 dB.

La Figure 75 présente les densités des événements d'EA pour trois essais élémentaires suivant deux descripteurs : temps de montée et amplitude. La rupture de fibre correspond aux grandes valeurs de l'amplitude (60 dB-70 dB) et aux faibles valeurs du temps de montée (1µs– 15µs). La décohésion fibre/matrice est liée à des faibles valeurs de l'amplitude (45dB-55dB) et de plus grandes valeurs du temps de montée (5µs– 30µs). Les valeurs moyennes de l'amplitude (60 dB-65dB) et du temps de montée (10µs– 20µs) sont associées à une rupture matricielle (Philip et al, 2011).

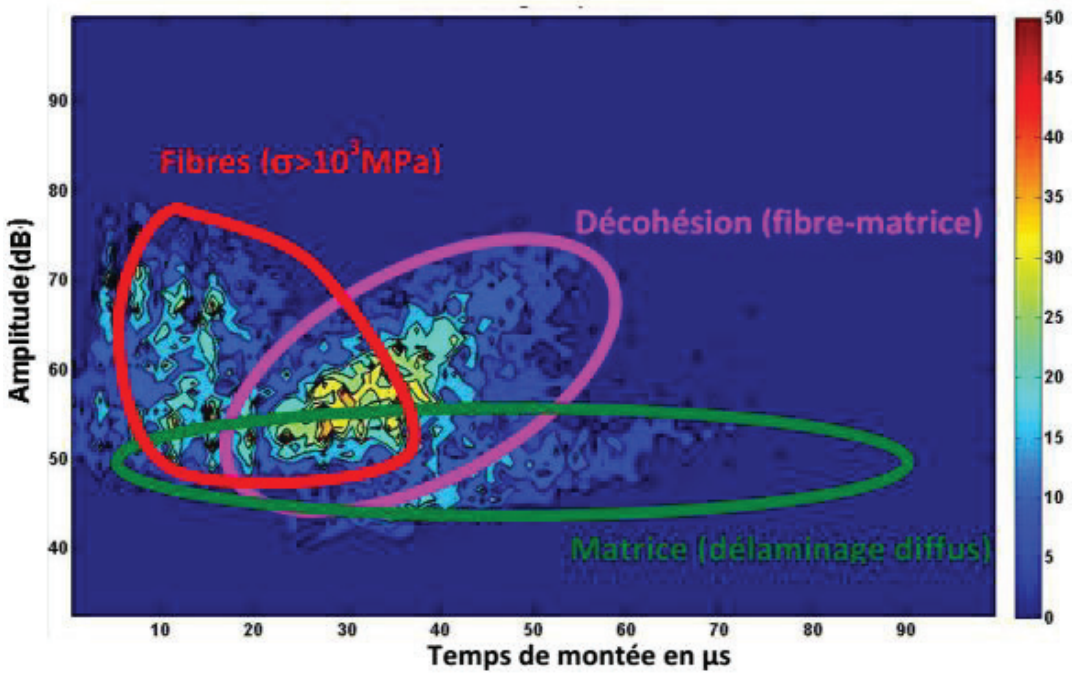


Figure 75- Densité de signaux de tous essais élémentaires (temps de montée et l'amplitude (Philip et al, 2011)

Pour l'analyse de deux descripteurs : nombre de coups et amplitude, la Figure 76 montre que la rupture de fibres est liée à des grandes valeurs de l'amplitude (50 dB-70 dB) et des faibles valeurs du nombre de coups (20–50). La décohésion fibre/matrice correspond à des grandes valeurs de l'amplitude (50 dB-70 dB) et des grandes valeurs du nombre de coups (40–90). Les faibles valeurs de l'amplitude (35 dB-55 dB) et des valeurs moyennes du nombre de coups (30–60) sont associées à la rupture de matrice (Philip et al.2011)

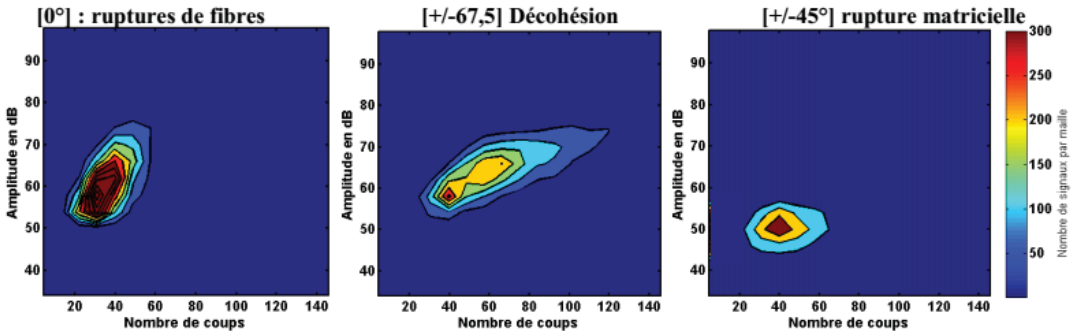


Figure 76- Densité des évènements acoustiques pour les trois essais élémentaires, projetés dans le nombre de coups / amplitude (Philip et al, 2011)

1.3.2.1.3. Méthode de l'analyse multivariable

Les méthodes de groupement des données par l'analyse multivariable sont largement utilisées pour l'analyse des émissions acoustiques des composites. Cette méthode permet d'analyser plusieurs descripteurs en même temps. Elle permet aussi de classifier automatiquement les modes d'endommagement des composites tels que : rupture de matrice, décohésion fibre/matrice, délaminage de plis, rupture de fibres. La première partie de ce paragraphe explique les démarches mathématiques d'une analyse multivariable. Les résultats des recherches récentes par cette méthode sont synthétisés dans la deuxième partie.

➢ ***Démarche d'une analyse multivariable***

Parmi les méthodes couramment utilisées lors d'une analyse miltivariable, on trouve: l'Analyse en Composantes Principale (ACP), l'algorithme du partitionnement en K-Moyennes avec des critères de choix du nombre de classes ou C flou moyen (FCM).

- ***Analyse en Composantes Principales (ACP)***

L'objectif d'une Analyse en Composantes Principales (ACP) est la réduction de la dimension des données. L'ACP produit des Composantes Principales (CP), qui sont des combinaisons linéaires des descripteurs initiaux, hiérarchisées et non corrélées deux à deux (Jolliffe, 2002). La Figure 77 montre une introduction de l'ACP où l'ensemble de données à plusieurs directions (Figure 77a) est transformée dans un nouvel espace de deux directions (Figure 77b). Les premières CP expliquent la majeure partie de la variance du nuage des données initiales. Cette restriction des données à considérer facilite généralement l'interprétation des résultats. Dans le détail, l'ACP s'appuie sur la démarche suivante :

Soit une matrice X comprenant p variables (ici p= nombre de descripteurs) et n observations (nombre d'événements): $X = \{x_{ij}\} \in R^{n \times p}$

La matrice de covariance de la matrice X est calculée par l'équation (*1.12*)

$$V = E[XX^T] \qquad (1.12)$$

Où : X^T est la matrice de transposition de X et $V \in R^{pxp}$, E[ ] est l'espérance mathématique

La matrice de covariance est symétrique, une base orthogonale est calculée en cherchant ses valeurs propres λ_k et ses vecteurs propres u_k par l'équation (*1.13*):

$$V.u_k = \lambda_k.u_k \qquad k=1, 2,...p \qquad (1.13)$$

Les valeurs propres sont rangées dans l'ordre décroissant $\lambda_1 \geq \lambda_2 \geq \ldots \lambda_p$. Les variances en pourcentages « **pcvar** » et pourcentages cumulés « **pccum** » pour chaque composante sont définies par les équations (*1.14*) et (*1.15*):

$$pcvar_k = \frac{\lambda_k}{\sum_{i=1}^{p} \lambda_i} . 100\ (\%) \qquad (1.14)$$

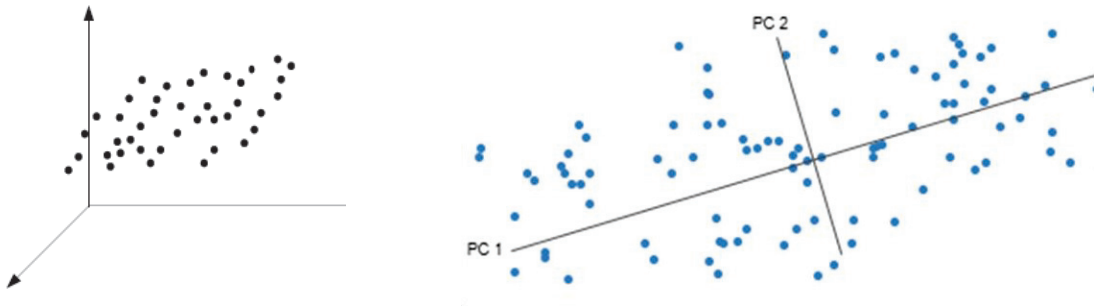
$$pccum_k = \sum_{j=1}^{k} pcvar_k \qquad k=1, 2, ...p \qquad (1.15)$$

Généralement, (k<p) et les k premiers vecteurs propres sont suffisants pour représenter 90% à 95% de la variance des données initiales (Jolliffe, 2002). Soit donc la matrice U formée des de k premiers vecteurs propres :

$$U = [u_1|\ u_2|\ ....|u_k] \qquad U \in R^{p\times k}$$

Les coordonnées des données dans le nouvel espace s'obtiennent par l'équation (*1.16*)

$$\hat{X} = X.U \qquad \hat{X} = \{\hat{x}_{ij}\} \in R^{n\times k} \qquad (1.16)$$



(a) (b)

Figure 77: Introduction à l'analyse en composantes principales (Marec et al, 2008)

Les nouvelles données de la matrice $\hat{X}$ sont utilisées pour la classification des modes d'endommagements.

- ***Partitionnement en K-Moyennes***

La méthode de K-moyennes (K means) est un algorithme itératif qui vise à partitionner l'ensemble des données en K sous-groupes distincts (classes), non chevauchants où chaque point de données appartient à un seul groupe. Chaque classe se veut la plus homogène possible et la plus différente (lointaine) possible des autres classes. Les étapes de ce partitionnement sont les suivantes :

1. *Présélection du nombre de K classes*
2. *Sélection aléatoire des K premiers centres dans la matrice $\hat{X}$:($c_{1, C2,...}$ c_k)*
3. *Calcul de la distance entre les points de données $\hat{x}_i$ et k premiers centres par la distance euclidienne au carré (équation* (1.17)*)*

$$d(\hat{x}_i, c_k) = (\hat{x}_i - c_k).(\hat{x}_i - c_k)^T \qquad \begin{matrix} i=1, 2,...n \\ k=1, 2, ...K \end{matrix} \qquad (1.17)$$

4. *Attribution de chaque point de données à la classe la plus proche (centroïde) et calcul de la fonction objectif (1.18)*

$$J = \sum_{i=1}^{n}\sum_{k=1}^{K} \omega_{ik} \|\hat{x}_i - c_k\|^2 \qquad (1.18)$$

$$\omega_{ik} = \begin{cases} 1\ si\ k = argmin_j \|\hat{x}_i - c_k\|^2, j = 1{:}K \\ 0 \qquad\qquad Si\ non \end{cases}$$

5. *Minimisation de la fonction objectif (1.19) et nouveau calcul des coordonnées c_k de chaque k classe par l'équation (1.20)*

$$\sum_{i=1}^{n} \omega_{ik}(\hat{x}_i - c_k) = 0 \qquad (1.19)$$

$$c_k = \frac{\sum_{i=1}^{n} \omega_{ik}.\hat{x}_i}{\sum_{i=1}^{n} \omega_{ik}} \qquad (1.20)$$

6. *Les étapes de 3 à 5 sont répétées jusqu'à stabilisation des K centres.*

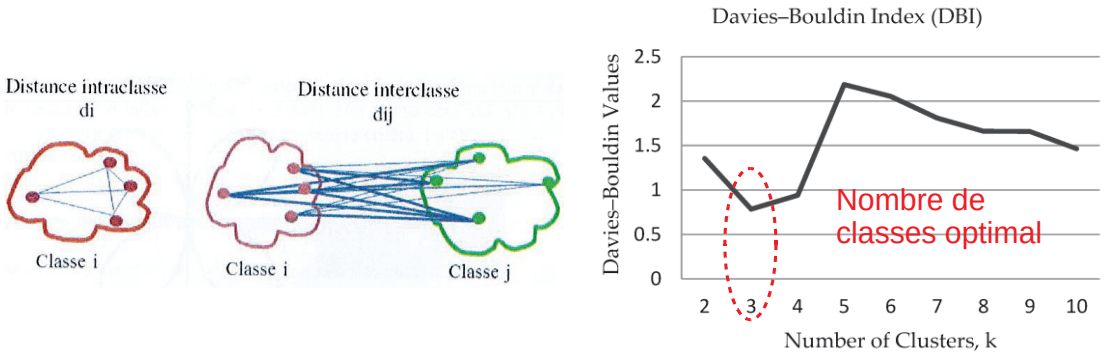
- ***Choix du nombre de classes optimal***

L'algorithme des k-moyennes suppose de spécifier le nombre de classes dès le départ, K est donc connu a priori. Pour choisir le nombre optimal de classes, l'algorithme est lancé plusieurs fois, avec différentes valeurs de K et des indicateurs de qualité sont calculés pour évaluer la classification obtenue. Dans le cadre de cette étude, deux indicateurs sont considérés: le critère de Davies – Bouldin et le critère de Silhouette.

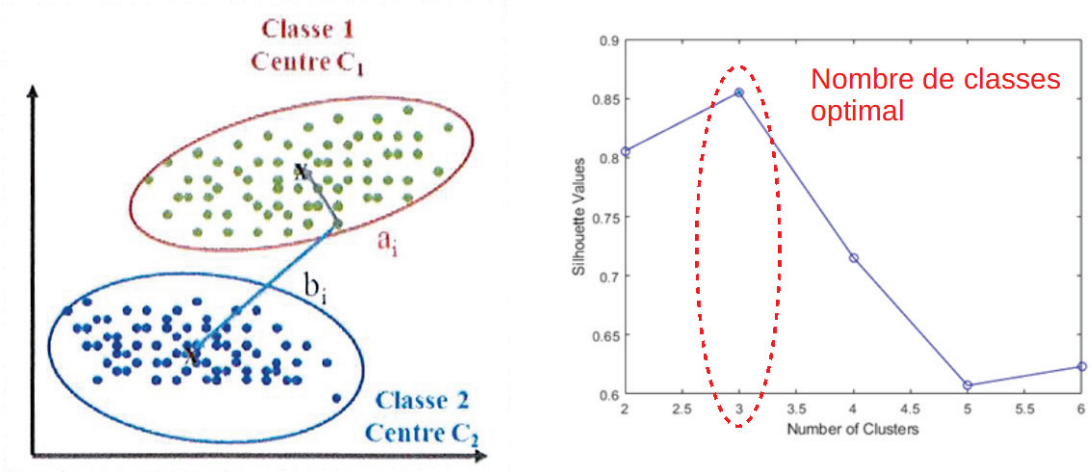
L'indicateur de Davies – Bouldin (DB) se calcule selon l'équation (*1.21*) (Davies et Bouldin, 1979).

$$DB = \frac{1}{K}\sum_{i=1}^{K} Max_{i \neq j}\{\frac{d_i + d_j}{d_{ij}}\} \qquad (1.21)$$

Où : d_i et d_j sont les distances moyennes respectivement à l'intérieur des classes i et j tandis que d_{ij} est la distance moyenne entre les deux classes i et j. Le nombre de classes optimal est celui qui minimise DB (Figure 78a).



(a)



(b)

Figure 78: Validation du nombre de classe optimal : (a) critère de Davies Bouldin (b) Critère de Silhouette (Godin et al, 2018)

L'indice Silhouette (Rousseeuw, 1987) s'intéresse à chaque point de donnée et vérifie s'il est bien classé:

$$SI_{ind}(i) = \frac{b(i) - a(i)}{Max\ \{b(i), a(i)\}} \qquad -1 \leq SI_{ind}(i) \leq 1 \qquad (1.22)$$

Où : a(i) est la distance du point i au centre C_1 de sa classe, b(i) est la distance entre ce point et le centre C_2 de la classe la plus proche (Figure 78b). Si les deux classes 1 et 2 sont très lointaines, alors b(i) >> a(i) et la valeur de $SI_{ind}(i)$ est proche à 1. Au contraire, si les deux classes 1 et 2 sont proches, $SI_{ind}(i)$ est proche de -1.

L'indice Silhouette d'une classe est la valeur moyenne des indices de tous les points de la classe (*1.23*). L'indice de la partition est la valeur moyenne des indices de toutes les classes (*1.24*) (Kaufman et Rousseeuw, 2005). Ces auteurs ont recommandé une valeur de SI_{moyen} supérieure à 0,5 pour une classification correcte. La meilleure partition renvoie la plus grande valeur de SI_{moyen} (Figure 78b)

$$SI_k = \frac{1}{m}\sum_{i=1}^{m} SI_{ind}(i) \qquad (1.23)$$

Où : m est le nombre des événements de la classe k

$$SI_{moyen} = \frac{1}{K}\sum_{i=1}^{K} SI_k \qquad (1.24)$$

- ***<u>Mécanismes d'endommagement des composites non vieillis</u>***

Ben Ameur et al (2019) se sont intéressés aux endommagements de deux composites à base de fibres unidirectionnelles de carbone (PRFC) et de lin (PRFL) noyées dans une résine époxyde thermodurcie. Des éprouvettes de 6 couches de fibres fabriquées par moulage au contact aux dimensions de (2-3,1) x15x200 mm^3 sont soumises à un test de traction (vitesse de 1mm/min) et la mesure d'EA est réalisée par deux capteurs MICRO-80, deux préamplificateurs ayant un gain de 40 dB. Le seuil de 40 dB a été choisi pour filtrer les signaux d'EA liés aux bruits. Cinq descripteurs du domaine temporel (amplitude, temps de montée, durée, nombre de coups au pic, énergie absolue) sont choisis et les auteurs associent à l'algorithme des K moyennes conduit à quatre groupes d'endommagement que : fissuration matricielle (A), décohésion fibre/matrice (B), délaminage (C), décollement fibre/matrice et rupture de fibres (D). L'amplitude et le nombre d'événements cumulés ont été choisis pour présenter les résultats d'EA (Figure 79). Pour les deux composites, la fissuration matricielle (A) est liée à des faibles valeurs de l'amplitude (40-48 dB), la classe B (décohésion fibre/matrice) correspond à des valeurs de l'amplitude entre 44-57 dB, la classe C (délaminage) est associée à des valeurs modérées de l'amplitude (48-65 dB). Le décollement fibre/matrice et la rupture de fibres (D) sont à des amplitudes variées de 60 à 100 dB pour PRFC, de 55 à 75 dB pour PRFL. La Figure 79c,d montre que l'ordre de l'apparition des types d'endommagement de PRFC et PRFL suivant le temps d'essais est : fissuration matricielle (A), décohésion fibre/matrice (B), délaminage (C), décollement fibre/matrice et rupture de fibres (D). PRFL a des plus faibles nombres d'événements que PRFC. Les différences de la classe D et le nombre d'événements cumulés entre PRFC et PRFL sont expliquées par : la faible fraction volumique de 0,32 pour PRFL en comparaison de celle de 0,55 pour PRFC, la plus forte rigidité de fibres de carbone par rapport aux fibres de lin, la meilleure adhésion fibres de carbone/ résine époxyde que l'adhésion fibres de lin/résine époxyde (Ben Ameur et al, 2019).

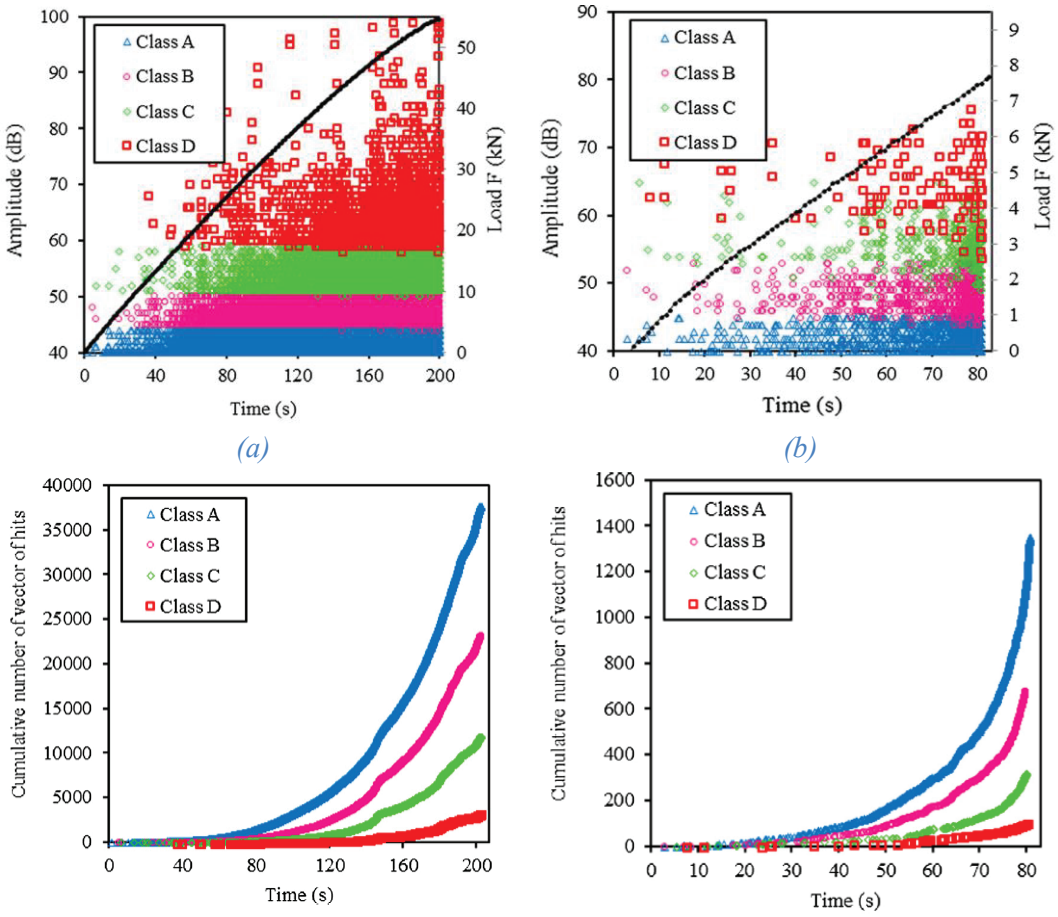


Figure 79- Groupes d'endommagement et nombres d'événements cumulés du PRFC et PRFL (Ben Ameur et al, 2019)

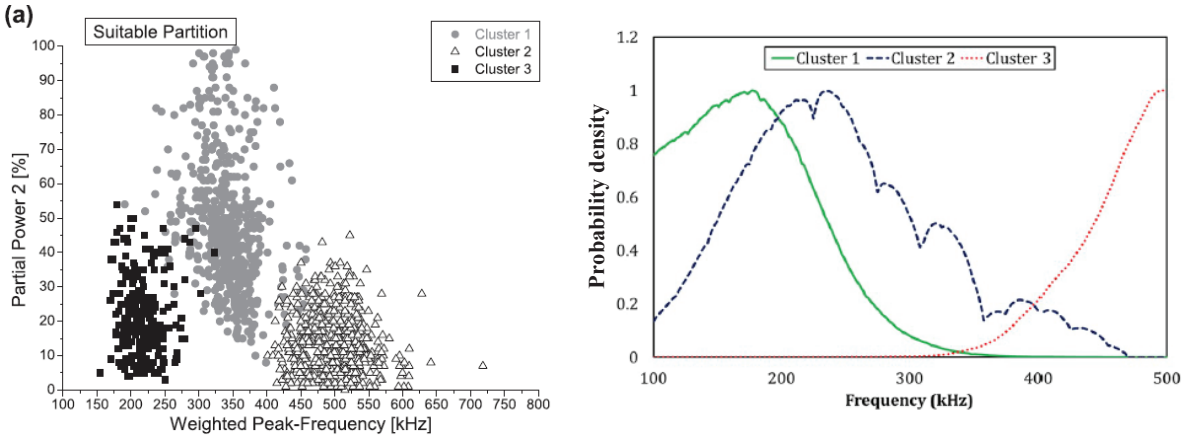
D'autres auteurs utilisent les descripteurs du domaine fréquentiel pour anayser leurs résultats (Carvelli et al, 2017) (Saeedifar et al, 2018) (Azadi et al, 2018) (Sause et al, 2012).

Carvelli et al (2017) parviennent à distinguer les trois types d'endommagement d'un PRFC (fissuration matricielle / décohésion fibre/matrice / délaminage et rupture de fibres) dans un graphique de l'amplitude et du barycentre fréquentiel (FC) ou la fréquence au pic (FP). Saeedifar et al (2018) ont utilisé un graphe amplitude/fréquence au pic pour identifier ces trois types d'endommagement pour un composite à base de fibres de carbone et de résine époxyde.

Sause et al (2012) ont interprété ses résultats de classification de chaque type d'endommagement pour un PRFC sous une sollicitation en flexion. Les deux descripteurs choisis sont la fréquence au pic pondérée (FPP) et la deuxième puissance partielle (PP2-150 :300 kHZ) pour une représentation des résultats obtenus (Figure 80a). . Ses résultats montrent que la fissuration matricielle est associée à de faibles FPP (175 :250 kHz) et des faibles PP2 (5 :40%), la décohésion fibre/matrice correspond à des valeurs modérées de FPP (275 :400 kHz) et des hautes valeurs de PP2 (30 :100%), la rupture des fibres de carbone est liée à des hautes valeurs de FPP (400 :700 kHz) et de faibles PP2 (1 :30%).

Azadi et al (2018) ont réussi à séparer les trois types d'endommagement d'un PRFC (fissuration matricielle, décohésion fibre/matrice, rupture de fibres) en utilisant le graphe entre la densité de probabilité d'événements normalisés de chaque endommagement et la FP. La fissuration matricielle (Cluster 1) est liée à des faibles valeurs de FP (100-250 kHz), la

décohésion (Cluster 2) correspond à des valeurs modérées de FP (250-420 kHz) et la rupture de fibres (Cluster 3) est associée à des grandes valeurs de FP (420-500 kHz) (Figure 80b).



(a) *(b)*

Figure 80- (a) représentation des résultats obtenus après une classification des descripteurs du domaine fréquentiel (Sause et al, 2012) (b) distributions de la densité de chaque mode d'endommagement pour un PRFC (Azadi et al, 2018)

Le Tableau 17 illustre une synthèse des relations entre modes d'endommagement et paramètres acoustiques pour des composites non vieillis.

Tableau 17 – Synthèse des modes d'endommagement d'un PRFL non vieilli après différentes méthodes de classification

	Ben Ameur et al (2019)	**Assarar et al (2011)**	**Haggui et al (2019)**	**Monti et al (2016)**
Matériaux	Fibre de carbone et de lin, résine époxyde	Fibre de lin, résine époxyde	Fibres de lin Résine thermo-plastique	Fibres de lin unidirectionnelles et séquences d'empilement Résine thermoplastique
Algorithme	K moyennes	C flou moyen	K moyennes	K moyennes
Desripteur à présenter	Amplitude Pourcentage de dommages	Amplitude	Amplitude	Energie absolue Amplitude Temps de montée Coups au pic Durée
Rupture de matrice	40-48 dB	40-75 dB	40-50 dB	1:10^4 aJ
Décohesion fibre/matrice	44-57 dB	75-85 dB	45-60 dB	3.10^4 : 5.10^4 aJ
Décollement	60-100 dB		65-80 dB	6.10^4 : 8.10^4 aJ
Rupture de fibre	60-100 dB	> 90dB	> 78 dB	> 10^5 aJ

Tableau 18 – Synthèse des modes d'endommagement d'un PRFC non vieilli après différentes méthodes de classification

	Sause et al (2012)	**Carvelli et al (2017)**	**Azadi et al. (2018)**	**Saeedifar et al. (2018)**
Matériaux	PRFC du système préimprégné T800 / 913	Fibres de carbone (T300J) Résine Polyphénylène (Ticona Fortron 0205)	Fibre de carbone Résine époxyde	Fibre de carbone Résine époxyde
Algorithme	R Development Core Team, (2010)	K moyennes	C flou moyen	K moyennes K moyennes-génétiques C flou moyen Classification-hiérarchique
Desripteur à présenter	Fréquence au pic pondérée/ Deuxième puissance partielle	Amplitude et Barycentre fréquence ou la fréquence au pic	Fréquence au pic	Fréquence au pic Amplitude
Rupture de matrice	(175 :250 kHz) / (5 :40%)	(32 :60 dB)/FC de 200 à 700 kHz (32 :60dB)/FP de 100 à 500 kHz	100-250 kHz	100-300 kHz 40-70 dB
Décohesion fibre/matrice	(275 :400 kHz)/ (30 :100%)	(60 :100 dB)/FC de 200 à 700 kHz (60 :100 dB)/FP de 100 à 500 kHz	250-420 kHz	
Décollement				100-300 kHz 70-95 dB
Rupture de fibre	(400 :700 kHz)/ (1 :30%)	(32 :100 dB)/FC de 700 à 1500 kHz (32 :100 dB)/FP de 1000 à 1600 kHz	420-500 kHz	500-700 kHz 40-80 dB

1.3.2.2. Suivi des mécanismes d'endommagements des composites à matrice polymère, soumis à un vieillissement

Scida et al (2013) ont étudié la progression de l'endommagement d'un composite à base de fibres de lin quasi-unidirectionnelles et d'une résine époxyde (PRFL) soumis à deux vieillissements hygrothermiques : température de 20°C et humidité relative de 90% (20°C-90%RH), température de 40°C et humidité relative de 90% (40°C-90%RH). Les plaques de PRFL comprenant 11 plis de fibres de lin, ont été coupées en éprouvettes de 2,5x20x200 mm^3. Des essais en traction avec une vitesse de 2mm/minute sont réalisés et instrumentés par un système d'EA. Le système d'EA de MISTRAS GROUP comprend des préamplificateurs de 40 dB, des capteurs piézoélectriques ayant une plage de fréquences de 100 kHz–1 MHz. Deux descripteurs (l'amplitude et la durée) sont choisis dans cette recherche pour interpréter les

données d'EA. Après les vieillissements hygrothermiques, les événements acoustiques générés tendent à avoir de plus fortes amplitudes et de plus longues durées (Figure 81).

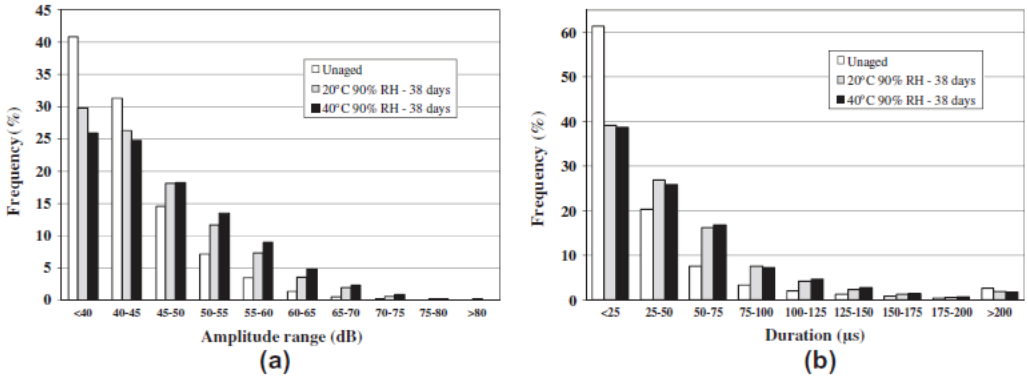


Figure 81- Distributions des amplitudes enregistrées pour un PRFL testé après des vieillissements hygrothermiques (Scida et al, 2013)

Les courbes contrainte-déformation ont été divisées en trois phases I, II, III (0-80%, 80-90%, 90%-100% de contrainte maximale) pour étudier l'évolution des distributions d'amplitude suivant les deux vieillissements hygrothermiques (Figure 82). Pour les trois PRFL non vieillis, 20ºC-90%RH, 40ºC-90%RH, le mode de la distribution en phase I est de 40 dB et la distribution est relativement resserrée autour de ce mode. Après vieillissement hygrothermique, les distributions s'élargissent montrant une augmentation du nombre de signaux à haute amplitude. Cela est d'autant plus marqué que la température du vieillissement est forte. Ces résultats sont expliqués par la plastification de matrice, la faiblesse de l'interface fibre/matrice et la réorientation de microfibrilles de la fibre de lin en présence d'eau. La température joue un rôle cinétique d'accélération du processus du vieillissement du composite (Scida et al, 2013).

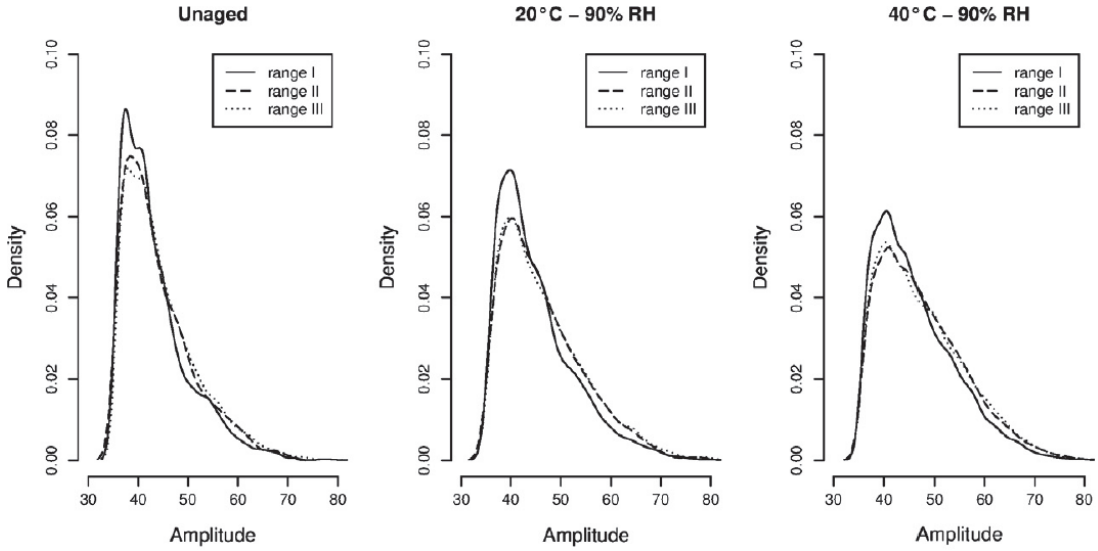
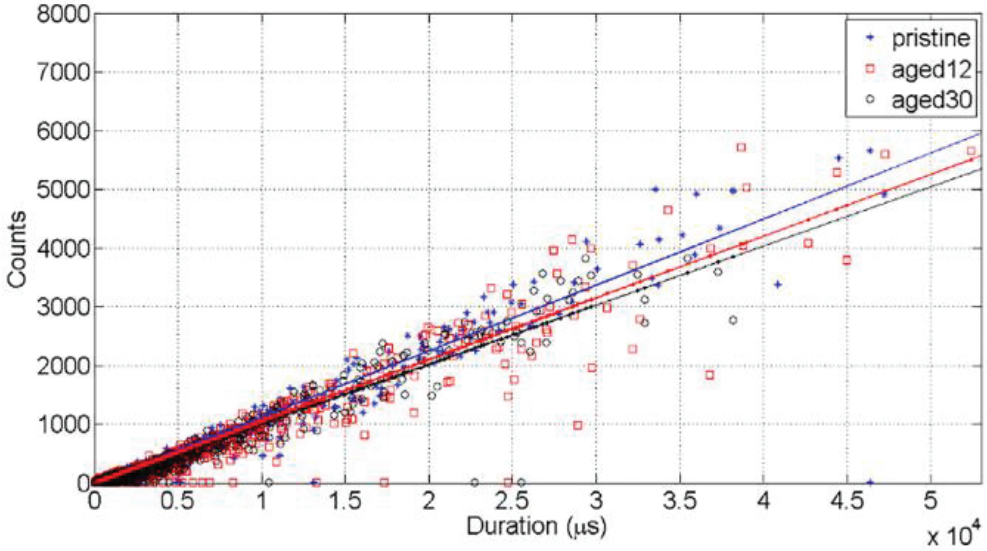


Figure 82- Evolution de la densité de l'amplitude d'un composite de fibres de lin aux vieillissements hygrothermiques (Scida et al. 2013)

Dans la recherche de Mouzakis et Dimogianopoulos (2019), les descripteurs choisis sont la durée , le nombre de coups, l'énergie absolue et l'amplitude pour identifier les endommagements de PRFC sous des vieillissements simulant des conditions de vol (aérotique). Les plaques de PRFC sont fabriquées avec une résine de R2940 par infusion RTM. Les plaques de PRFC se composent de 6 plis suivant la séquence d'empilement de [(0/90) 2 / ± 45]. Le vieillissement du choc thermique consiste en une exposition de 24 heures à 50ºC et à une

humidité relative de 65%, puis 24 heures à -40°C à l'air sec pendant une période de 12 jours. Le vieillissement simulant des conditions de vol fait varier la température de -35°C à +40°C et l'humidité relative de 10% à 95% pendant 30 jours. Le test en flexion 3 points a été réalisé avec une mesure d'EA. Le système d'EA de MISTRAS GROUP se compose des capteurs Node (300 kHz- 1 MHz), de préamplificateurs et du logiciel d'acquisition AEwin. Les auteurs montrent qu'il existe une relation linéaire entre le nombre de coups et la durée (Figure 83a). La pente α de la régression linéaire diminue à mesure que la durée de vieillissement s'allonge (Figure 83b). Les spécimens vieillis durant 30 jours présentent le plus petit nombre d'événements. Plus le matériau a subi un vieillissement, plus le nombre d'événements de grande durée tend à être petit. La plastification de la matrice et l'affaiblissement de l'interface fibre/matrice sous les deux vieillissements entraineraient la diminution de la pente α et du nombre d'événements de grande durée (Mouzakis et Dimogianopoulos, 2019).



(a) *relation linéaire entre la durée et le nombre de coups pour tous spécimens ($y=\alpha.x$)*

Specimen condition	α	RSS/SSS
Pristine	0.1124	0.0650
12-day aging procedure	0.1051	0.0672
30-day aging procedure	0.1009	0.0591

(b) *paramétres de relation linéaire entre la durée et le nombre de coups*

Figure 83-relation linéaire entre la durée et le nombre de coups

Assarar et al (2011) ont classifié trois modes d'endommagement des composites à base de fibres de verre et de lin sous vieillissement hygrothermique. Les conditions du vieillissement sont l'immersion des échantillons dans l'eau à température ambiante. Pour un composite à base de fibres de lin, les endommagements du composite sont la fissuration matricielle (signal A), la décohésion fibre/matrice (signal B) et la rupture de fibres (signal C) (Figure 84). Les trois modes d'endommagement existent du temps de non vieillissement jusqu'à 10 jours du vieillissement. Il n'y a plus de rupture de fibres (signal C) après 20 jours de vieillissement et la distribution d'amplitude se concentre entre 40 et 70 dB. Avant la rupture, le principal mécanisme d'endommagement est la fissuration de la matrice (Figure 84e).

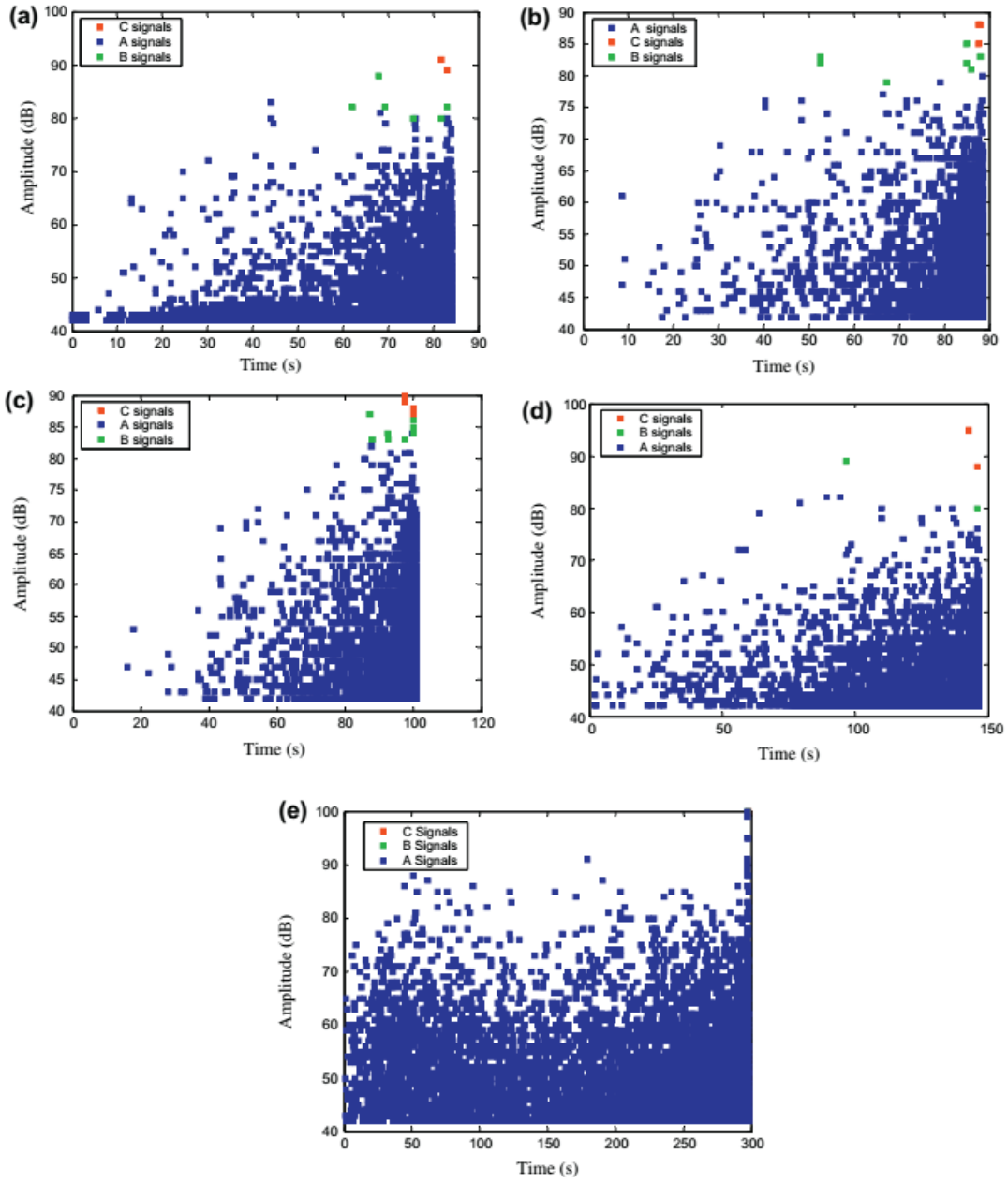


Figure 84- Amplitudes des signaux d'EA selon le temps de test en traction pour PRFL : (a) non vieillissement ,(b) Vieillissement de 1 jour, (c) 3 jours , (d) 10 jours, (e) 20 jours. A: rupture de matrice, B: décohésion fibre- matrice, C: rupture de fibres (Assarar et al,2011)

.

Le Tableau 19 synthétise quelques résultats du suivi des mécanismes d'endommagement des composites soumis au vieillissement hygrothermique par différents méthodes d'analyse des données d'EA.

Tableau 19 – Synthèse des résultats du suivi des mécanismes d'endommagement des composites sous quelques conditions du vieillissement

Matériaux	**Condition du vieillissement**	**Descripteur à présenter**	**Modes de rupture**	**Résultats remarquables**	**Référence**
Fibre de lin et de verre et résine époxyde	L'eau à température ambiante	Amplitude et temps d'essai Cumul du nombre d'événements	Fissuration matricielle Décollement fibre/matrice Rupture de fibres	Composite de fibres de lin : Augmentation de la fissuration matricielle et diminution du décollement et rupture de fibre par rapport aux échantillons initial et vieillis moindre 10 jours Composite de fibres de verre : Augmentation de décollement et rupture de fibre en comparaison avec l'éprouvette non vieillie	Assarar et al (2011)
Fibre de lin et résine époxyde	Humidité de 90% RH à température de 20°C à 40°C	Amplitude	Fissuration matricielle Décollement fibre/matrice Rupture de fibres	Augmentation des événements de grande amplitude	Scida et al (2013)
Fibre de carbone et résine époxyde	Choc thermique et Simulation des conditions de vol	Durée Nombre de coups Energie absolue	Rupture globale du composite	Plus grande durée pour les éprouvettes vieillies Plus grande énergie absolue pour les éprouvettes vieillies	Dionysios (2018)
Fibre de carbone et résine époxyde	Eau à température de 70°C	Amplitude Energie Barycentre fréquentiel	Fissuration matricielle, Décollement fibre / matrice, Délaminage, Rupture de la fibre Rupture par cisaillement de la couche adhésive	Plus faible nombre d' événements de fissuration matricielle et du décollement fibre / matrice pour les échantillons vieillis	Xu et al (2019)

Cette méthode a montré qu'on peut étudier les changements de modes de rupture en même temps qu'on applique une sollicitation mécanique aux spécimens de composites. L'EA permet de suivre aussi les évolutions des mécanismes d'endommagement des composites sous les conditions du vieillissement.

1.4. CONCLUSION DE L'ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Cette étude bibliographique a permis de répertorier les connaissances générales des composites renforcés par les fibres de carbone et de lin en génie civil. Les résines assurent le transfert des charges aux fibres ainsi que la protection des fibres et de la surface renforcée. Le comportement en traction de la fibre de carbone est presque linéaire tandis que celui de la fibre de lin est bilinéaire.

Les facteurs et les conséquences du vieillissement ont été considérés. Le facteur le plus impactant est l'eau alors que la température joue sur la cinétique de la réaction. Le vieillissement naturel dépend de multiples facteurs pas présents dans les vieillissements accélérés.

L'évolution des composites et du béton renforcé par des polymères soumis à des vieillissements accélérés et naturel a été suivie. En général, le PRFC et le PRFL diminuent leurs propriétés mécaniques sous des vieillissements accélérés et naturel. Les conditions de vieillissement modifient les modes de rupture des deux composites et le comportement du PRFL tandis que le PRFC garde son comportement presque linéaire. Le vieillissement d'un PRFC provient de la plastification de la matrice et de la dégradation de l'interface fibre/matrice en raison de l'absorption d'eau de la résine. Le vieillissement de la fibre de lin (gonflement, dissolution des composants biologiques, réorientation des micro-fibrilles sous chargement) contribue fortement au vieillissement global d'un PRFL en raison de son caractère hydrophile.

L'état de la surface de béton affecte la qualité de l'adhésion composite/béton sans vieillissement. Les traitements par sablage ou carbonatation de la surface du béton peuvent améliorer l'adhésion mécanique composite/béton et retarder le vieillissement hygrothermique de cette interface.

Les possibilités de monitoring par émission acoustique (EA) sont étudiées. L'EA permet de recueillir les signaux émis au sein du composite en cours d'essai.

CHAPITRE 2. MATERIAUX, METHODOLOGIE ET PROGRAMME EXPERIMENTAL

L'étude bibliographique du chapitre 1 sur le vieillissement hygrothermique a mis en évidence les limites suivantes : des évolutions différentes des caractéristiques mécaniques entre les auteurs (Hong et al, 2018) ; (Cromwell et al, 2011) et des études réalisées sur des temps relativement courts, pour le vieillissement accéléré (environ 50 jours), comme pour le vieillissement naturel (2 ans) (Yan et Bing, 2016) (Rouch, 2018). De plus, l'extrapolation des résultats des essais accélérés avec ceux d'essais du vieillissement naturel (grâce à un facteur d'accélération) n'est pas réalisable actuellement avec suffisamment de précision.

Dans l'optique de contribuer à répondre à ces questions, diverses conditions de vieillissement accéléré hygrothermique ont été planifiées dans le cadre du projet MICRO. Le vieillissement de deux types de matériaux composites, PRFC et PRFL, ainsi que de leur interface avec le béton est étudié. Des essais complémentaires à court terme et le vieillissement naturel de 2 ans à 3 ans ont été réalisés pour compléter les premiers résultats obtenus lors des recherches de Zombré (2019) et Chlela (2019).

La première partie de ce chapitre présente les matériaux utilisés dans le cadre de cette thèse. Un système de renforcement traditionnel de type PRFC est tout d'abord mentionné et un système plus innovant, formé à partir d'une résine partiellement bio sourcée et de fibres de lin (PRFL), est ensuite présenté, ainsi que les matériaux constitutifs du béton qui sera renforcé. Les techniques de fabrication des deux composites et les méthodes de collage sur le béton sont aussi détaillées.

Les protocoles de vieillissement choisis font l'objet de la deuxième partie du chapitre. Tout d'abord, une justification des facteurs de température et d'humidité sélectionnés pour les vieillissements accélérés sera fournie. Puis, les conditions de vieillissement dans l'enceinte du laboratoire ou à l'extérieur, en région lyonnaise, seront précisées.

La troisième partie de ce chapitre est consacrée à la description des différentes méthodes de suivi des propriétés des deux composites et de l'interface composite/béton. Les propriétés physico-chimiques sont caractérisées par la cinétique de sorption des composites et la calorimétrie différentielle à balayage. Les performances mécaniques sont mesurées en utilisant les essais suivants : essai de traction simple, essai de cisaillement interlaminaire, essai d'arrachement composite/béton, essai de double cisaillement. Par ailleurs, lors des essais de traction simple, l'émission acoustique produite lors de l'endommagement des composites a été enregistrée.

La dernière partie du chapitre 2 récapitule les échéances des vieillissements accélérés et naturels ainsi que le nombre d'échantillons testés lors de chaque échéance.

2.1. MATERIAUX

2.1.1. Les composites

Dans le cadre du projet ANR MICRO, deux composites sont étudiés : un composite traditionnel, déjà commercialisé et utilisé sur chantier, à base de fibres de carbone bidirectionnelles et d'une matrice époxy d'origine pétro-sourcée (système Foreva TFC® commercialisé par l'entreprise Freyssinet) (PRFC) et un composite plus innovant, développé par les partenaires du projet ANR, à base de fibres de lin unidirectionnelles et d'une matrice époxy partiellement bio-sourcée (PRFL). Les principaux objectifs de l'étude sont de mieux comprendre les vieillissements hygrothermiques de ces deux composites et d'évaluer leur efficacité à renforcer un béton courant sur le long terme. L'analyse comparative entre ces deux systèmes permettra également de voir dans quelle mesure le composite développé dans le cadre du projet, plus respectueux de l'environnement, peut être une alternative à un composite avec un impact environnemental et sanitaire plus négatif mais dont les performances sont relativement éprouvées.

2.1.1.1. Les résines

2.1.1.1.1. Résine TFC

La résine époxydique de FOREVA TFC, constituée d'un **prépolymère époxy** et d'un **durcisseur amine**, a été développée et est fournie par l'entreprise Freyssinet. Ses principaux composants sont détaillés dans les travaux de Viretto et Galy (2016) et récapitulés dans le Tableau 20.

Tableau 20 – Composants de la résine époxydique de FOREVA TFC (Viretto et Galy, 2016)

Prépolymère époxy	**Durcisseur amine**
Masse volumique : 1,32-1,36 g/cm^3	Masse volumique : 1,00-1,04 g/cm^3
Composants :	Composants :
DGEBA (fonctionnalité f=2)	Jeffamine T403 (f=6)
Epoxy novolac (f>2)	Amine TETA (f=6)
Diluant époxy (f=1)	Catalyseurs dont la nature n'est
Charges CaCO3 (34%)	pas connue

L'avis technique de Freyssinet (2014) recommande une proportion du mélange en poids : 100 unités de résine pour 40 unités de durcisseur ou une proportion du mélange en volume : 100 unités de résine pour 54 unités de durcisseur. La durée pratique d'utilisation et le temps de durcissement total d'un mélange dépendent de la masse du mélange et de la température de l'environnement. Les caractéristiques rhéologiques de la résine époxydique de FOREVA TFC répondent au besoin d'imprégnation des tissus sur des surfaces verticales ou au plafond, couramment rencontré en génie civil. Cette résine permet l'application sur des supports tels que le béton avec une température de surface variant entre +5°C et +45°C , à condition qu'aucun ruissellement d'eau n'existe à la surface du béton (Freyssinet ,2014).

Le Tableau 21 présente les performances physico-mécaniques de la résine époxydique de FOREVA TFC, telles que données par le fournisseur.

2.1.1.1.2. Résines bio-sourcées

La résine TFC est utilisée comme référence pour formuler de nouvelles résines bio-sourcées dans le cadre du projet MICRO. Viretto and Galy (2016) ont étudié quelques caractéristiques essentielles de la résine TFC telles que la réactivité du mélange stœchiométrique résine/durcisseur, ses propriétés thermomécaniques, sa prise en eau (Tableau 51-Annexe 1). Des valeurs cibles de cette étude pour la résine TFC ont guidé le travail de formulation de résines bio-sourcées : une viscosité à température ambiante de 18000mPas, une durée de vie en pot à 25°C d'environ 1h, un temps de gel à 40°C proche de 5000s, une température de transition vitreuse, après réticulation à température ambiante, proche de 50°C. Une formulation époxy 100% bio-sourcée (système sorbitol/phénalkamine) et une formulation alternative partiellement bio-sourcée (50%) (système DGEBA bio/phénalkamine) ont été synthétisées à partir de 18 monomères époxy bio-sourcés existant sur le marché (Viretto and Galy, 2018). Seule la formulation partiellement bio-sourcée a permis de satisfaire le critère du cahier des charges lié à la température de transition vitreuse. La recherche de Salvia (2017) a montré que la formulation alternative partiellement bio-sourcée (à 50%) assure une meilleure imprégnation des fibres de lin choisies pour le projet et conduit donc à de meilleures performances mécaniques que la formulation 100% bio-sourcée (système sorbitol/phénalkamine). Par conséquent, la résine partiellement bio-sourcée (système DGEBA bio/phénalkamine) a été sélectionnée par les partenaires du projet MICRO et son temps de gel est de 140 minutes à 40°C. Cette résine se compose d'une résine DGEBA de type CHS-G530 et d'un durcisseur Phenalkamine NX 5619 (Figure 85). Viretto et Galy (2018) ont proposé une proportion du mélange en poids : 100 unités de résine CHS-G530 pour 55 unités de durcisseur NX 5619.

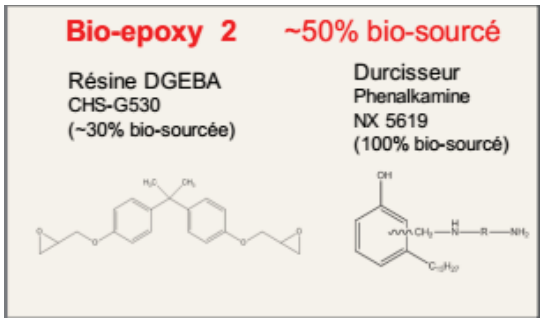


Figure 85- Formulation chimique de la résine bio-sourcée (Viretto et Galy, 2018)

Les propriétés de la résine 50% bio-sourcée sont détaillées dans le Tableau 21.

Tableau 21 – Propriétés des deux résines époxydiques FOREVA TFC et Bio sourcée

Caractéristiques	Résine époxydique FOREVA TFC (Freyssinet, 2014)				Résine bio sourcée (Viretto et Galy, 2018)
Durée de vie en pot	15°C	20°C	25°C	30- 35°C	25°C
	2 h 30 min	1 h 20 min	1 h	35 min	1 h 30 min
Prise en eau	< 4,5% (22°C)				~0,88% (24°C)
Viscosité	18000 mPa.s (25°C)				425 mPa.s (25°C)
Température de gel	83 min (à 40°C)				140 min (à 40°C)
Température de transition vitreuse	64°C				54°C
Température maximale du pic exothermique de polymérisation	117°C				119°C
Résistance à la traction (température ambiante et 21 jours)	27 ±3 MPa				44 ± 6 MPa
Module d'élasticité traction (température ambiante et 21 jours)	2300 ±200 MPa				2800 ±300 MPa
Déformation à la rupture en traction (température ambiante et 21 jours)	1,7 ± 1 %				~1,75 %

Afin de faciliter la lecture de ce manuscrit, la résine partiellement bio-sourcée choisie sera appelée dans la suite du manuscrit « résine bio-sourcée ».

2.1.1.2. Les fibres

2.1.1.2.1. Tissu de fibres de carbone

Le tissu de fibres de carbone est un tissu satin bidirectionnel (NF ISO 7211-1, 2017). Chaque fil de chaîne passe au-dessus de trois fils de trame et réciproquement. Ce tissage permet de créer une armature souple et déformable pouvant épouser diverses formes de supports. Ce tissu comprend en masse 70% de fibres dans le sens chaîne et 30% de fibres dans le sens trame (Figure 86).

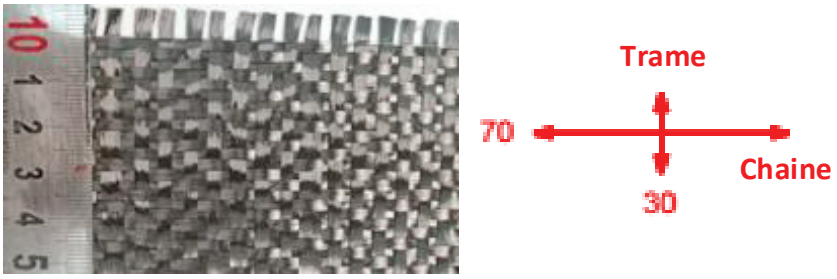


Figure 86- Tissu bidirectionel de fibres de carbone (Freyssinet, 2014)

Pour un renforcement extérieur de structures, la direction privilégiée de ce tissu pour une sollicitation mécanique est la direction de chaîne. Les propriétés du tissu bidirectionnel de fibres de carbone selon cette direction sont synthétisées dans le Tableau 22.

2.1.1.2.2. Tissu de fibres de lin

Un objectif du projet MICRO est le développement d'un système innovant de bio-composite à empreinte environnementale réduite. Deux travaux préalables de Lacoste et Bergeret (2018) et Lacoste *et al.* (2017) sur les composites à base de fibres de lin, de fibres de basalte et d'un tissu hybride lin/basalte associés aux deux résines précédemment présentées ont permis de sélectionner un tissu de fibres naturelles adapté à ce projet. Les résultats de ces travaux montrent que le composite à base de fibres de lin a des performances mécaniques intéressantes et de faibles influences toxiques sur l'environnement. Le Groupe Depestele (2016, 2017) a développé ce tissu de lin et affiche une diminution de moitié des impacts environnementaux de leur production par rapport à ceux nécessaires pour produire des fibres de verre. En conséquence, le tissu unidirectionnel (UD) de fibres de lin de type LINCORE® FF UD 200 a été sélectionné pour cette recherche (Figure 87). Ce tissu se compose de 100% de mèches de fibres de lin non traitées et non retordues. Par ailleurs, de fines fibres de trame tissées à la chaine permettent de former le tissu UD. Le Tableau 22 présente les caractéristiques du tissu unidirectionnel de fibres de lin établies par le fournisseur.

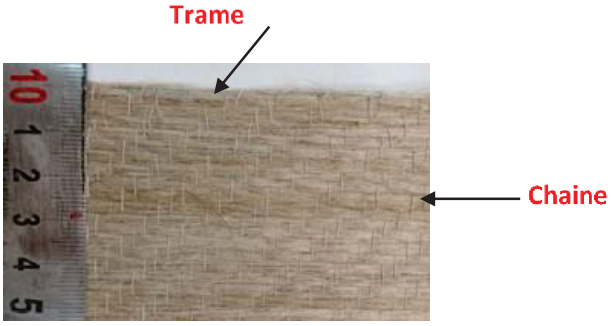


Figure 87- Tissu unidirectionnel de fibres de lin (Groupe Depestele, 2017)

Tableau 22:Propriétés des tissus bidirectionnel de fibres de carbone et unidirectionnel de fibres de lin

	Tissu bidirectionnel de Fibres de carbone (Freyssinet, 2014) (ISO 7211)	Tissu unidirectionnel de fibres de lin (Groupe Depestele, 2017)
Répartition en masse	Chaîne 70 %; Trame 30 %	Chaîne ≈ 100 %; Trame ≈ 0 %
Densité	520 g/m²	200 ± 4% g/m² (Norme UNI 5114)
Résistance à la traction	4900 MPa	550 MPa (ISO 527)
Module Young E	230 GPa	32 GPa (ISO 527)
Déformation à la rupture en traction	2,1 %	1,7 % (ISO 527)

2.1.1.3. Les composites

2.1.1.3.1. Fabrication des composites

Les plaques de composites sont fabriquées par la méthode de moulage au contact sur une plaque de contreplaqué et tous les composites sont réalisés avec deux couches de tissus. La procédure de leur fabrication est détaillée par les étapes suivantes :

- Deux couches de tissus de fibres de carbone ou de lin sont coupées aux dimensions souhaitées (*Tableau 23*). Les résines et durcisseurs doivent être préparés et pesés en respectant les proportions stœchiométriques recommandées par les fournisseurs. Ils sont ensuite mélangés dans un gobelet plastique pour obtenir un mélange homogène. Les plaques de contreplaqué sont soufflées à l'air comprimé afin d'éliminer les poussières résiduelles sur leur surface. Une mince couche d'une cire de démoulage est appliquée sur la surface du contreplaqué pour faciliter le démoulage des composites. (Figure 88a).
- La température et l'hygrométrie de la salle sont relevées.
- Un tiers du mélange résine/durcisseur est appliqué sur la surface du contreplaqué à l'aide d'une spatule. La première couche de tissu est ensuite posée puis imprégnée avec le mélange à l'aide d'un pinceau *(*Figure 88b). Un deuxième tiers du mélange est étalé et la deuxième couche de tissu est posée et imprégnée à son tour. Le reste du mélange de résine est finalement appliqué pour créer une couche de couverture du composite (Figure 88c).
- Les plaques des composites collés sur les contreplaqués sont mises en cure pendant 4 jours avant de les démouler. En se basant sur le temps de cure dans l'atmosphère de conditionnement (23°C, 50 % HR) (norme ISO 291), les plaques des composites sont mises à la cure à température ambiante pendant 10 jours après le démoulage.
- A la fin de la période de cure (14 jours en tout), la masse de chaque plaque est mesurée en utilisant une balance de précision 0,01g avant de soumettre ces composites aux différentes conditions de vieillissement.

L'AFGC (2011b) et Freyssinet (2014) mentionnent une tolérance acceptable de ±7% sur les proportions résine/durcisseur pour fabriquer des composites sur chantier selon la méthode de moulage au contact.

(a)

(b)

(c)

Figure 88- Fabrication d' une plaque de composite selon la méthode de moulage au contact

Tableau 23 – Synthèse des plaques des composites fabriquées par moulage au contact

Nom	Fibres de renfort	Résine utilisée	Nombre de plis et dimensions
Plaque de composite pour essai de traction	Tissu de carbone bidirectionnel	Epoxyde TFC	2 plis de 200x350mm
	Tissu de lin unidirectionnel	Epoxyde bio-sourcée	2 plis de 200x350mm
Plaque de composite pour essai du cisaillement interlaminaire	Tissu de carbone bidirectionnel	Epoxyde TFC	2 plis de 290x300mm Rainure de 10mm
	Tissu de lin unidirectionnel	Epoxyde bio-sourcée	2 plis de 290x300mm Rainure de 10mm

2.1.1.3.2. Composite à base de fibres de carbone (PRFC)

Freyssinet (2014) recommande une imprégnation du tissu de fibres de carbone avec 1,2 à 1,5 kg/m² de résine FOREVA TFC par couche de tissu. Les caractéristiques minimales garanties pour de tels PRFC sont détaillées dans le Tableau 24 (Freyssinet, 2014).

Tableau 24 – Propriétés mécaniques minimales garanties d'un PRFC après 7 jours de cure(Freyssinet, 2014)

Epaisseur nette d'une couche	**0,48 mm**
Contrainte à rupture	**1700 Mpa**
Module élastique	**105 GPa**
Effort sur 1 cm de largeur chaîne	**8,15 kN**
Effort sur 1 cm de largeur frame	**3,5 kN**

En pratique, l'imprégnation du tissu s'est avérée satisfaisante avec une proportion de résine de 1,5 kg/m² et les composites finalement réalisés ont une fraction volumique réelle de fibres de carbone de l'ordre de 20%, plus faible que celles données par le fournisseur, ce qui contribuera à expliquer certaines différences entre les performances mesurées dans cette étude et celles du fournisseur.

2.1.1.3.3. Composite à base de fibres de lin (PRFL)

La quantité de résine DGEBA/phénalkamine pour fabriquer un PRFL par moulage au contact est issue des recherches de Viretto et Galy (2018) et Salvia (2017) dans le cadre du projet MICRO. Ces auteurs ont recommandé l'utilisation de 1,4 kg de résine DGEBA/phénalkamine pour un mètre carré de tissu de fibres de lin de type LINCORE® FF UD 200. Le PRFL final, après la période de cure de 14 jours, possède une fraction massique de fibres d'environ 12,5%, soit une fraction volumique de fibres de 11,5%. La recherche de Salvia (2017) a donné une résistance en flexion de 158 MPa et une déformation ultime en flexion de 4,1%

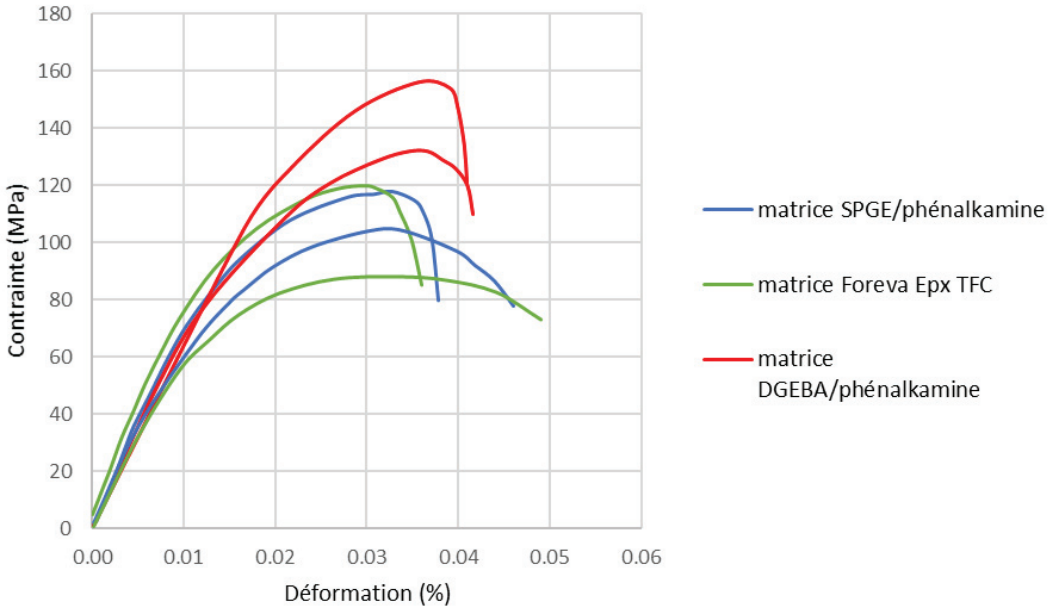


Figure 89- Courbes contrainte-déformation pour les différents composites UD à fibres de lin testés en flexion 3 points (Salvia, 2017)

2.1.2. Le béton

2.1.2.1. Fabrication du béton

- ***Formulation du béton***

En se basant sur les recommandations de l'AFGC (2011), une étude de l'interface composite/béton demande un bloc de béton performant, avec une résistance à la compression d'au moins 40 MPa et une résistance à la traction d'au moins 1,5 MPa . Le béton C40/50, est

ainsi adapté à l'étude de l'interface composite/ béton et le recours à un ciment de type CEM I PM-CP2 lui confère une bonne résistance aux chlorures marins et aux milieux faiblement agressifs de sulfate et d'acide. Ainsi, on s'assure que le béton ait de bonnes performances et ne provoque pas de défaut sur l'interface composite/béton lors d'un collage de composites et des vieillissements VA et VN. Le dosage de chaque composant du béton C40/50 en se basant sur la formulation de LAFARGE est détaillé dans le Tableau 25.

Tableau 25 – Formulation d'1 m^3 du béton C40/50

Masse Ciment (kg)	350	CEM I 52,5 N -SR 5 CE PM-CP2 NF HTS (le Teil)
Masse Gravillon (kg)	1120	Classe granulaire 4/20
Masse Sable (kg)	800	Classe granulaire 0/4
Masse Eau (kg)	170	

Dans le cadre du projet ANR MICRO, deux types d'éprouvette de béton ont été fabriqués : des blocs de 240x140x140 mm^3 servant à l'essai de double cisaillement, les dallettes 300x300x50mm^3 pour les échantillons de l'essai d'arrachement composite/ béton.

- ***Fabrication de blocs***

Les blocs de 240x140x140 mm^3 sont fabriqués à l'aide d'un coffrage en acier. Trois éprouvettes cylindriques de diamètre 160mm et de hauteur 320mm sont aussi bétonnées pour un essai ultérieur de compression. (Figure 90a,b).

- ***Fabrication de dallettes***

Des dallettes de dimensions 300x300x50mm^3 sont coulées dans un coffrage en bois , spécialement confectionné pour une réalisation simultanée de 7 dallettes. Trois éprouvettes de dimensions de 100x100x100mm^3 sont aussi bétonnées à chaque gâchée pour le suivi de la résistance en compression du béton. La vibration est assurée à l'aide d'une aiguille vibrante. Il est à noter que la surface inférieure des dallettes, en contact avec le coffrage, présente un état de surface différent plus lisse que celui de la surface supérieure (Figure 90c,d).

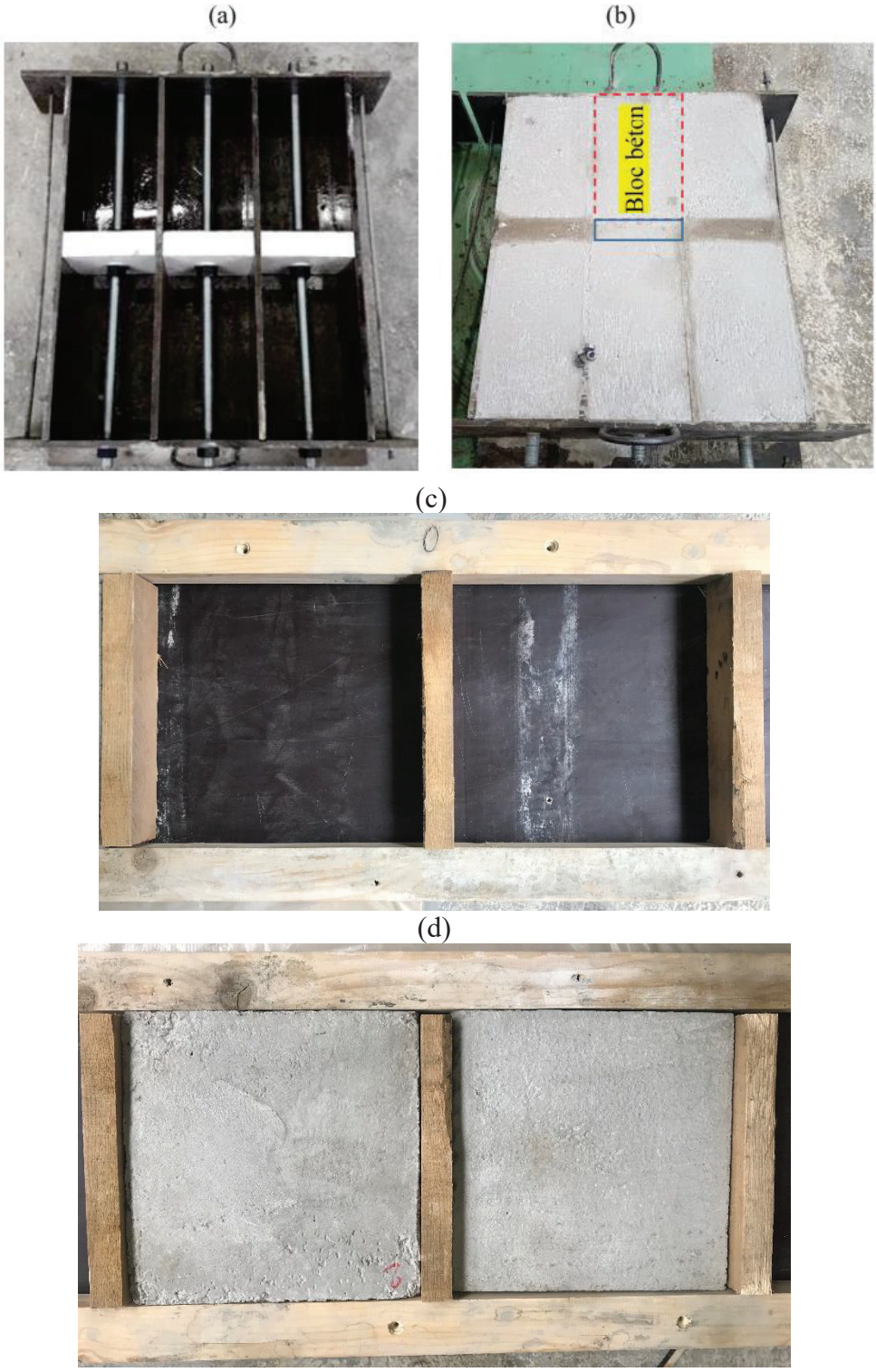


Figure 90- (a,b) Coffrage en acier et blocs coulés et durcis pour éprouvettes de double cisaillement, (c,d) coffrage en bois et béton coulé et durci pour dallettes

Après une cure des blocs/éléments en béton en conditions ambiantes pendant 28 jours, leur surface a été traitée par les différentes techniques de traitement présentées ci-après.

2.1.2.2. Traitement de la surface de béton

Les techniques de traitement mécanique retenues sont la technique de ponçage et la technique de sablage parce qu'elles sont faciles à appliquer à l'échelle d'une grande structure en béton sur chantier.

- ***Etat naturel de la surface du béton***

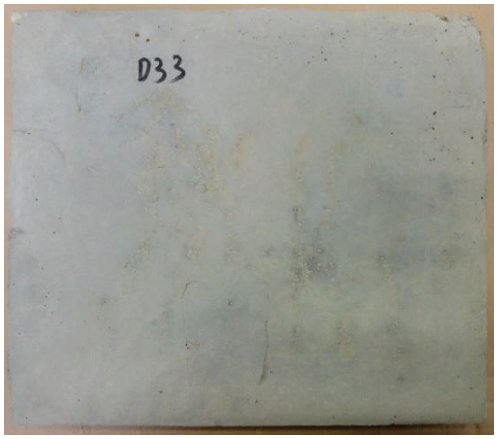
L'état naturel (NA) de la surface du béton correspond à une surface laissée brute après coulage, sans aucun traitement mécanique de sa surface (Figure 91a). Sur une profondeur d'environ 3 à 5 mm de la surface du béton à l'état naturel, le matériau présente une proportion de laitance importance. La qualité d'une surface de béton laissée à l'état naturel (NA) est plus faible que celle au sein du béton.

- ***Technique de ponçage (PO)***

Grâce à la facilité d'exécution de la technique de ponçage, les constructeurs appliquent assez souvent cette technique pour traiter la surface d'une structure en béton. Cette technique permet d'éliminer les poussières résiduelles et une couche de faible qualité à la surface du béton. La profondeur éliminée correspond à la profondeur nécessaire pour retrouver un béton de bonne qualité. Dans le cadre de cette recherche, le ponçage a été réalisé à l'aide d'une scie diamantée. La surface inférieure des dallettes (celle en contact avec le contreplaqué lors du coulage) et les deux surfaces latérales des blocs (en contact avec le coffrage métallique) ont ainsi été préparées avant le collage des plaques composites (Figure 91b).

- ***Technique du sablage***

La technique du sablage (SB) est une technique dont le principe est de projeter un jet de sable à l'air comprimé sur une surface de béton. Cette technique requiert une bonne compétence d'exécution parce que la qualité de la surface traitée dépend de la distance de projection, de la vitesse du jet, de l'angle d'incidence du jet, de la pression de l'air du compresseur, et du diamètre du sable projeté. Elle permet également d'enlever les poussières résiduelles et une couche de ciment hydraté et de granulats de faible qualité à proximité de la surface du béton. Une partie des dallettes de cette étude a été soumise au traitement de sablage, effectué par une entreprise extérieure au laboratoire, en utilisant un sable grossier (de diamètre compris entre 0,5 et 1 mm) et une pression moyenne de l'air comprimé de 8 bars et une distance projetée environ de 0,5 m (Figure 91c).



(a)

(b)

(c)

Figure 91- (a) Etat naturel de la surface du béton (b) Ponçage par une scie diamantée (c) Sablage par projection de sable (Soares et al, 2019)

2.1.3. Collage des composites sur le béton

Le pré-dimensionnement de fibres de renfort est une étape nécessaire avant un collage d'un composite sur le béton.

Pour les dallettes, une couche de textile de dimensions 300 x 300 mm^2 a été coupée à partir d'un rouleau de fibres de renfort. Ces dimensions assurent de 6 à 8 carottages de diamètre 50 mm sur la surface renforcée.

Pour les éprouvettes de double cisaillement, une rupture adhésive composite/béton est recherchée, préalable à une rupture en traction du composite de renforcement. Par conséquent, le nombre de couches de renfort pour chaque composite est dimensionné dans l'Annexe 3. Pour satisfaire ce critère, une couche de textile de fibres de carbone est nécessaire pour le PRFC alors que 5 couches du tissu unidirectionnel de fibres de lin sont nécessaires pour le PRFL.

Avant le collage des composites, un jet d'air comprimé est appliqué sur la surface des dallettes ou des blocs de béton pour éliminer des poussières et des impuretés résiduelles. Cette étape permet d'assurer une surface de béton propre pour les éprouvettes de béton non traitées ou préparées selon les traitements PO ou SB.

Le collage des composites sur le béton se fait par moulage au contact. Le protocole décrit pour la fabrication des plaques reste valide mais il convient de réitérer la procédure en fonction du nombre de plis nécessaires. Pour les dallettes, un seul pli de fibres de carbone ou

de lin a été posé sur la surface du béton. La surface renforcée par les composites a été la surface en contact avec le coffrage en contreplaqué pour l'état naturel (NA) ou la surface traitée pour les traitements de PO et SB (Figure 92a). Pour les échantillons de double cisaillement, les composites sont collés sur les deux surfaces latérales des blocs (en contact avec le coffrage métallique) qui présentent des caractéristiques identiques (Figure 92b).

(a)

(b)

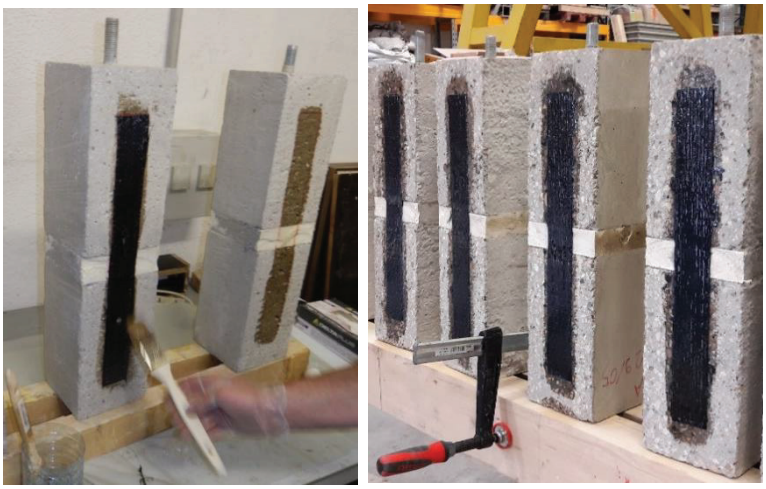


Figure 92- (a) Collage de PRFL sur une dallette (b) Collage de PRFC sur une éprouvette de double cisaillement

Le Tableau 26 récapitule les informations pour les 2 types du renforcement de béton fabriqués par moulage au contact pour les deux systèmes de composite.

Tableau 26 – Synthèse des éprouvettes de béton renforcées par moulage au contact

Nom	**Fibres de renfort**	**Résine utilisée**	**Nombre deplis et dimensions**	**Catégorie du béton**	**Technique de traitement**
Dallette pour essai de pull-off	Tissu de carbone bidirectionnel	Epoxyde TFC	1 pli de 300x300mm	C40/50 300x300 x50mm	Etat naturel Ponçage Sablage
	Tissu de lin unidirectionnel	Epoxyde bio-sourcée	1 pli de 300x300mm		
Eprouvette pour essai de double cisaillement	Tissu de carbone bidirectionnel	Epoxyde TFC	1 pli de 60x440mm	C40/50 Deux blocs 240x140 x140 mm	Ponçage
	Tissu de lin unidirectionnel	Epoxyde bio-sourcée	5 plis de 60x440mm		

Toutes ces éprouvettes ont été mises en cure dans les conditions ambiantes du laboratoire pendant 14 jours pour continuer leur polymérisation. Après ce temps de cure, une partie de ces éprouvettes a été testée et correspond à la référence non vieillie (T0), l'autre partie a été soumise aux conditions de vieillissement choisies dans le cadre du projet et détaillées dans le paragraphe suivant.

2.2. PROTOCOLES DE VIEILLISSEMENT

2.2.1. Sélection des conditions de vieillissement

Selon le résumé des facteurs (causes) et processus (conséquences) de vieillissement des composites utilisés pour le renforcement dans le génie civil, des conditions de vieillissement accéléré (VA) et naturel (VN) sont appliquées pour cette recherche. Le VA permet d'accélérer les processus de dégradation des matériaux composites ou de l'interface composite/béton. En revanche, le VN conduit à des dégradations plus lentes mais plus cohérentes avec les dégradations attendues lors de la mise en service d'un ouvrage. Les résultats du VN sont à comparer à ceux des VA et les facteurs d'accélération entre VN et VA sont à calculer pour analyser la représentatinté des VA par rapport au VN.

Pour cette étude, le vieillissement en laboratoire (VL) a été ajouté pour observer les dégradations du composite ou de l'interface composite/ béton sous les conditions ambiantes, à l'intérieur du laboratoire.

2.2.2. Vieillissement accéléré

Le paragraphe 1.2.1 de l'étude bibliographique montre que la température et l'humidité sont les deux facteurs les plus influents sur la durabilité des composites et de l'interface composite/béton, ce qui nous a conduit à adopter les vieillissements hygrothermiques comme vieillissements accélérés dans le cadre de notre étude. L'humidité joue un rôle important : vieillissement chimique, vieillissement physique, absorption d'eau des polymères, etc. Pour le système de renforcement à base de fibres végétales, l'humidité provoque aussi une dégradation des fibres en raison de leur structure biologique hydrophile. De plus, la température accélère la cinétique du vieillissement lié à l'humidité.

- ***Choix des conditions d'humidité***

Trois conditions d'humidité sont étudiées : 50% humidité relative (HR), 75% HR, et une immersion dans l'eau (100% HR) afin d'étudier l'influence de l'humidité sur le vieillissement des composites. L'immersion dans l'eau est considérée comme la condition la plus dégradante pour les matériaux composites (paragraphe 1.2.2.3). Le processus d'absorption d'eau se manifeste de manière continue et rapide et il peut conduire à diverses conséquences : plastification de la matrice, gonflement de la matrice, gonflement des fibres végétales, etc.

La condition de 50%HR est considérée comme une condition nominale, comparable à une valeur obtenue en condition ambiante. La condition de 75%HR est une condition d'humidité modérée, qui peut correspondre à des expositions dans certains milieux naturels humides. Les deux conditions de 50%HR et de 75%HR sont contrôlées dans des enceintes climatiques (BINDER). La condition d'immersion dans l'eau est effectuée par la mise des éprouvettes dans des bacs thermostatiques remplis d'eau, régulés en température.

- ***Choix des niveaux de température***

Trois conditions de température sont adoptées : 20ºC, 40ºC et 60ºC. Cette dernière condition est considérée comme particulièrement sévère. Les niveaux de températures sélectionnés ont été contrôlés par des thermorégulateurs ayant une précision de ±0.1°C pour les enceintes et de ±2°C pour les bains. La température de 60ºC est proche de la température de transition vitreuse T_g (64ºC) de la résine TFC. Pour la résine bio-sourcée, la température de 60ºC est plus élevée que sa T_g (54ºC) (Viretto et Galy, 2018) (Viretto et Galy, 2016). La valeur de 40ºC est une température modérée, plus faible que les T_g des deux résines. De plus, grâce à ces trois niveaux de température étudiés, 20ºC, 40ºC, 60ºC, on pourra analyser l'influence de la température sur la cinétique de diffusion de l'eau pour la condition immergée. Par ailleurs, à des températures de 40ºC et de 60ºC se produisent aussi des phénomènes additionnels, tels que la post-réticulation de la matrice, le phénomène d'oxydation des composites, particulièrement pour la température de 60ºC. Elles conduisent à observer les influences contraires sur un composite, telles que sa dégradation provoquée par l'absorption d'eau et sa consolidation produite par la post-réticulation de la matrice.

La température de 20ºC est considérée comme une température approchant la température de l'ambiante. Cette température ne devrait pas accélérer les mécanismes de dégradation des composites. Un couplage avec l'humidité moyenne de 50% HR conduit à une condition de vieillissement nominale à laquelle se produit le vieillissement usuel des composites.

- ***Choix des couplages température-humidité***

En se basant sur trois niveaux de température et d'humidité, neuf combinaisons température-humidité peuvent donc être étudiées (matrice de Hoke, Figure 93a) (Fatemi, 2012). La matrice de Hoke permet d'optimiser les plans d'essai en réalisant juste le nombre d'essais nécessaires permettant d'interpoler les autres résultats. La matrice de Hoke a proposé diverses possibilités et l'une d'entre elles a été choisie. Le choix a été effectué afin de minimiser l'achat d'enceintes climatiques. Enfin, les six couplages : V1 (20°C-50%HR), V2 (20°C-100%HR), V3 (60°C-50%HR), V4 (40°C-100%HR), V5 (60°C-75%HR) et V6 (60°C-100%HR) ont été adaptés dans le cadre du projet MICRO (Figure 93b).

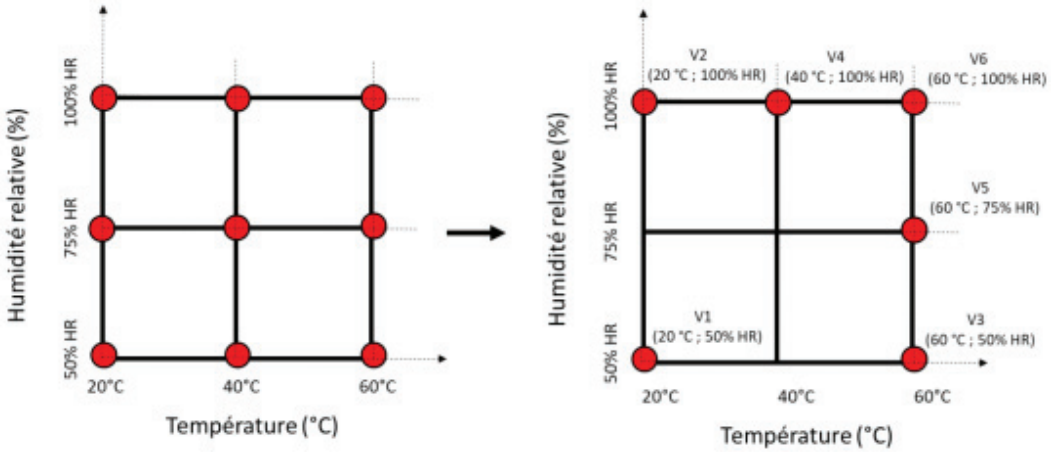


Figure 93- (a) Matrice de Hoke à 9 couplages (b) Matrice optimisée de Hoke à 6 couplages

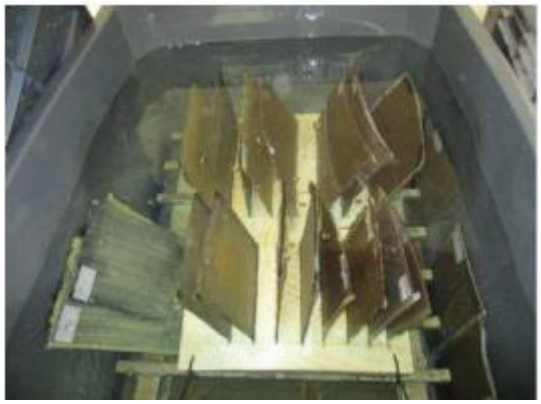
Le Tableau 27 présente la synthèse des six conditions de vieillissement hygrothermique dans cette recherche.

Tableau 27 – Synthèse des vieillissements hygrothermiques

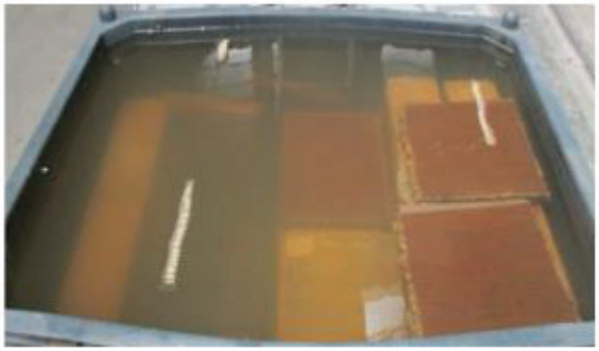
Dénomination	Température T (ºC)	Humidité (%) HR	Condition	Localisation des essais
V1	20	50%	Enceinte	IFSTTAR, Paris
V2	20	100%	Bain	IFSTTAR, Paris
V3	60	50%	Enceinte	IFSTTAR, Paris
V4	40	100%	Bain	LMC^2, Lyon
V5	60	70%	Enceinte	LMC^2, Lyon
V6	60	100%	Bain	LMC^2, Lyon

La Figure 94a montre la disposition des plaques de composites et des dallettes de béton renforcées dans les enceintes pour les trois vieillissements V1, V3 et V5. Pour les vieillissements V2, V4 et V6, les plaques de composites et les éprouvettes de béton ont été disposées dans des bains différents pour éviter d'éventuelles influences du milieu alcalin du béton sur les plaques de composites. Les plaques ont été mises verticalement dans les bains pour faciliter la diffusion de l'eau par les deux surfaces (Figure 94b). Les éprouvettes de béton ont été posées de façon à ce que la surface renforcée par composites soit exposée à l'eau (Figure 94c)

(a)



(b)



(c)

Figure 94- (a) Viellissement de V1, V3, V5 dans les enceintes (b) Viellissement des plaques des composites de V2, V4, V6 dans les bains (c) Viellissement de l'interface composite/béton de V2, V4, V6 dans les bains

- ***Choix des échéances pour les vieillissements hygrothermiques***

Quatre échéances de 3, 6, 12 et 24 mois ont été choisies pour les six vieillissements hygrothermiques dans le cadre du projet MICRO (Chlela, 2019) ,(Zombré, 2019). Dans cette étude, de nouvelles échéances de 5, 10, 16 et 24 semaines ont été proposées pour mieux comprendre les mécanismes de dégradation et les évolutions des performances mécaniques entre T0, 3 mois (13 semaines) et 6 mois (52 semaines).

2.2.3. Vieillissement de laboratoire

Le Vieillissement de Laboratoire (VL) est un vieillissement dans les conditions ambiantes du laboratoire LMC^2. Ce vieillissement est donc un vieillissement proche du VN ou du V1. La température et l'humidité du VL diffèrent de V1 (20°C, 50%HR) sur un point clé : la température et l'humidité du VL varient légèrement suivant les saisons d'une année tandis que celles du V1 sont constantes et contrôlées. Cette condition existe couramment dans le domaine du renforcement de structures, par exemple, lors du stockage de plaques de composites préfabriquées dans une usine ou dans le cas d'un renforcement d'une structure à l'intérieur d'un bâtiment. Quatre échéances de 5, 10,16 et 24 semaines ont été établies pour le VL. Des plaques des deux composites et des dallettes de béton renforcées ont été disposées sur un portique dans le laboratoire LMC^2 (Figure 95a).

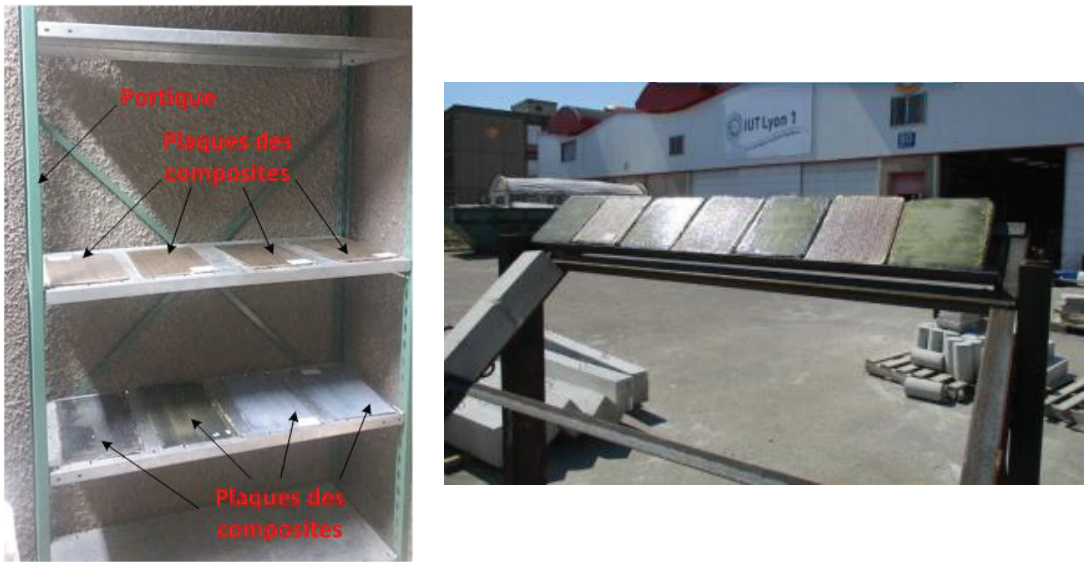
2.2.4. Vieillissement naturel

Le climat de la ville de Villeurbanne, à proximité de Lyon, est un climat tempéré. Pour la période de 2000 à 2020, la température varie autour d'une moyenne de 15°C et la moyenne annuelle de précipitation est de l'ordre de 800 mm (Météo-France).

De 2017 à mi 2020 période de notre étude, les mois les plus chauds sont de juin à septembre avec une température maximale environ de 30°C (Figure 221 –Annexe 3). Les mois les plus humides sont variés avec le printemps 2017, l'hiver 2018 et l'automne 2019 (Figure 222–Annexe 3). Des heures d'ensoleillement les plus élevées varient également avec le printemps 2017 et les étés 2018 et 2019 (Figure 223-Annexe 3). Le Tableau 28 a synthétisé les données climatiques de quatre années sur la région Villeurbanne. Trois échéances de VN ont été sélectionnées : 1, 2 et 3 ans et les conditions de Vieillissement Naturel (VN) sont obtenues en positionnant les échantillons sur un portique à 1m du sol, orienté Sud et incliné à 45° (Figure 95b).

Tableau 28 – Comparaison des données climatiques de 2017 jusqu'à juin 2020 du climat de la région Villeurbanne- Lyon

Année	Température moyenne (°C)	Précipitation annuelle (mm)	Heure d'ensoleillement annuelle
2017	13,6	549	2295
2018	14,4	808	2124
2019	14,1	772	2193
2020 (de janvier au juin)	*12,86*	*294*	*1129*



(a) *(b)*

Figure 95- (a) Viellissement du laboratoire (b) Viellissement naturel

2.3. METHODE DE SUIVI DES PROPRIETES

2.3.1. Essai de caractéristique du béton

2.3.1.1. Mesure de la rugosité de la surface du béton

La rugosité de la surface du béton joue sur la qualité de l'interface et a une action sur la résistance à l'arrachement et sur le cisaillement (paragraphe 1.1.4). La mesure de cette rugosité est faite pour évaluer son influence sur la résistance à l'arrachement de l'interface composite/béton et le mode de rupture de cette interface. La technique de mesure de la rugosité d'une surface dépend de l'échelle d'observation, du nm au cm (Chadfeau et al, 2018). En cas de traitement mécanique de la surface du béton, la valeur de la rugosité de cette surface varie de 0,05 mm à 0,25 mm (Chaussadent et Clément, 2006), et dans ce cas, l'essai de la tâche volumique (NF EN 13036-1, 2010) est pertinent.

La procédure de l'essai de la tâche volumique est détaillée par les étapes suivantes :

- La surface des dallettes doit être soufflée pour éliminer les poussières résiduelles. Un volume fixé (V) de sable de diamètre de 150 µm à 300 µm est préparé et stocké dans un cylindre en laiton.
- Verser le sable contenu dans le cylindre en laiton sur la surface en béton et l'étaler uniformément de l'intérieur vers l'extérieur grâce à un disque d'épandage avec poignée muni d'une surface revêtue de caoutchouc (Figure 96a).
- Quand le sable ne peut plus combler de nouvelles aspérités, le diamètre du disque de sable diffusé est mesuré à l'aide d'une règle. Les précédentes étapes sont réitérées 3 fois et le diamètre D finalement adopté est la moyenne des quatre diamètres mesurés. (Figure 96b).
- Calculer la valeur de la rugosité (r) du substrat par la formule (2.1)

$$r = \frac{4V}{\pi D^2} \qquad (2.1)$$

(a) (b)

Figure 96- (a) Etalement d'un volume de sable sur un substrat (b) Mesure du cercle de sable étalé

2.3.1.2. Essai de compression du béton

L'objectif de cet essai est de déterminer la résistance en compression du béton selon la norme NF EN 12390-3 (2019) sur la machine « Euromatest Sintco » de capacité 3000 kN (Figure 97) à une vitesse du chargement environ de 0,6 MPa/s. L'évolution de cette résistance permet de mieux appréhender le vieillissement du béton sous diverses conditions de vieillissement.

Figure 97- Essai de compression d'un cube du béton

2.3.2. Caractérisation des propriétés physico-chimiques

2.3.2.1. Cinétique de sorption des composites

Les mesures de prise de masse d'eau peuvent fournir des informations importantes concernant la cinétique de sorption d'eau des composites en environnement humide ou en immersion. De nombreux mécanismes de vieillissement hygrothermique peuvent être mis en évidence par la prise de masse d'eau : gonflement du composite, porosité élevée. Le calcul du coefficient de diffusion à partir du graphique prise de masse d'eau/ temps d'exposition permet de comparer les cinétiques de sorption des différentes plaques de composites.

Les plaques de composite entières ou des éprouvettes de composites de surface 25x25mm^2, coupées dans les plaques stratifiées, ont été pesées (masse M_o) avant d'être mises en vieillissement. Une balance Mettler Toledo de précision 0,001 g a été utilisée pour les petites

éprouvettes tandis qu'une balance de précision 0,01 g a été employée pour les plaques de 200x350mm^2. Pendant les 14 premiers jours de vieillissement, tous les échantillons ont été pesés chaque jour (masse M_t). Au-delà du 14ème jour, les échantillons sont pesés deux fois par semaine jusqu'à leur échéance de vieillissement. La prise de masse d'une petite éprouvette ou d'une plaque de composite est déterminée par l'équation (1.5) – paragraphe 1.2.1.2.

2.3.2.2. Calorimétrie différentielle à balayage

L'essai de Calorimétrie différentielle à balayage (DSC) permet de caractériser les propriétés physiques d'un matériau à l'échelle macromoléculaire. Un changement physique d'un matériau tel qu'une évolution structurale (transition vitreuse) ou une réaction chimique entre une résine et un durcisseur est observé et quantifié par la DSC en se basant sur des phénomènes endothermiques ou exothermiques. Le principe de la DSC est la mesure des flux de chaleur en direction de l'échantillon et d'un matériau de référence en fonction de la température quand l'échantillon est chauffé, refroidi ou maintenu à température constante. La grandeur mesurée est l'énergie absorbée (effet endothermique) ou libérée (effet exothermique) par l'échantillon en milliwatts. La Figure 98 présente une évolution du flux de chaleur en fonction de la température et la construction graphique pour déterminer la température de transition vitreuse (Tg) d'une éprouvette d'adhésif époxyde en se basant sur deux normes (ASTM E1356, 2014) et (NF EN 12614, 2005) (Lee et al, 2019).

Dans la Figure 98, la courbe supérieure montre l'évolution des flux de chaleur pour des phases endothermiques ou exothermiques (axe vertical à gauche) tandis que la courbe inférieure est la dérivée de la courbe supérieure de flux de chaleur (axe vertical à droite). Le premier pic de la courbe dérivée caractérise un changement drastique des pentes de la courbe de flux de chaleur. Goodman et Dodiuk, (1999) ont proposé que le point de la courbe de flux de chaleur correspondant à ce premier pic soit le point du changement de l'état solide à l'état caoutchouteux. En effet, l'ordonnée de ce pic définit la température à inflexion (T_i-°C) ou la Tg d'un adhésif époxyde. Pour cette étude, les T_g de deux matériaux composites ont été calculées par la température à inflexion (T_i-°C) de chaque essai de DSC.

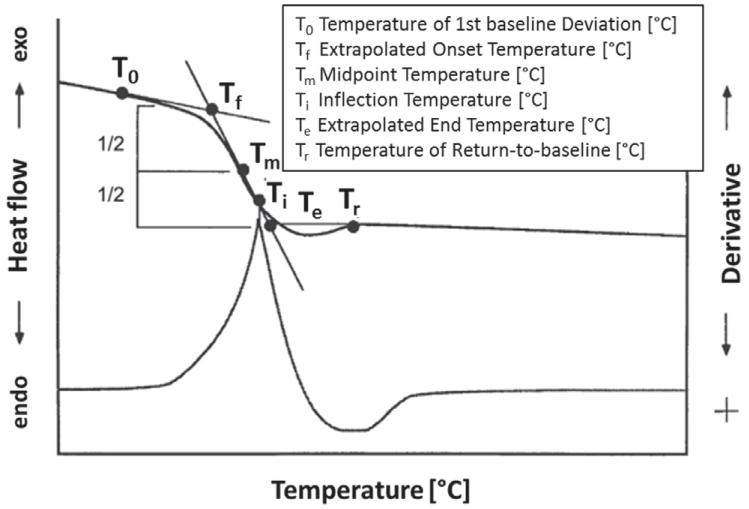


Figure 98- Thermogramme d'une calorimétrie différentielle à balayage pour un adhésif époxyde (Lee et al, 2019)

Dans cette étude, un calorimètre Mettler Toledo TGA-DSC3+ calibré à l'aide d'un échantillon d'indium est utilisé. La masse d'un échantillon varie de 5 à 10 mg et les rampes de température sont contrôlées à une vitesse de 10°C.min^{-1}. Un flux de gaz inerte (azote) à 20 mL/min a été employé pour ces essais.

2.3.2.3. Essai de tomographie

L'essai de tomographie est une technique d'observation microscopique qui a pour objectifs :

- L'analyse qualitative de la structure interne d'un composite en recherchant des modifications éventuelles entre l'échantillon non vieilli et vieilli
- L'évaluation de la porosité ou du nombre de pores/taille/unité et l'analyse de la corrélation de la porosité avec les performances suivies

Des coupes tomographiques ont été effectuées sur des échantillons de dimensions 15 mm × 15 mm × épaisseur découpés à partir des plaques composites non vieillies et vieillies grâce au micro-tomographe à rayon X GE Phoenix du laboratoire MATEIS de l'INSA de Lyon. Environ 1250 coupes consécutives sont effectuées sur l'échantillon observé et ensuite un modèle 3D est reconstruit. Chaque coupe tomographique est une fenêtre d'observation de 1500 pixels × 500 pixels (1 pixel correspond à 5 µm). Dans cette étude, les images ont été traitées par le logiciel ImageJ. L'opération de traitement des images a été effectuée selon l'ordre suivant : l'élimination des niveaux de gris et la conservation des pixels de couleur noire (porosité) et blanche (Figure 99a), la mesure de la circularité des pixels noirs (Figure 99b). L'équation (2.2) définit l'indice de circularité à partir de la surface et du périmètre de chaque porosité sur l'image 2D.

$$Circularité = 4 \,.\pi\,. \frac{Surface}{Périmètre^2} \qquad (2.2)$$

Une fissure ou un pore se distinguent entre eux par le niveau de circularité : s'il est supérieur à 0,8 il s'agit d'un pore (le pore 718 où c=0,9-Figure 99a) sinon, c'est une fissure (la fissure 778 où c=0,22-Figure 99a) (Bendjoudi et Hubert, 2002). La proportion entre le nombre de pixels des pores ou des fissures et le nombre total de pixels de l'image est la fraction volumique des pores et des fissures.

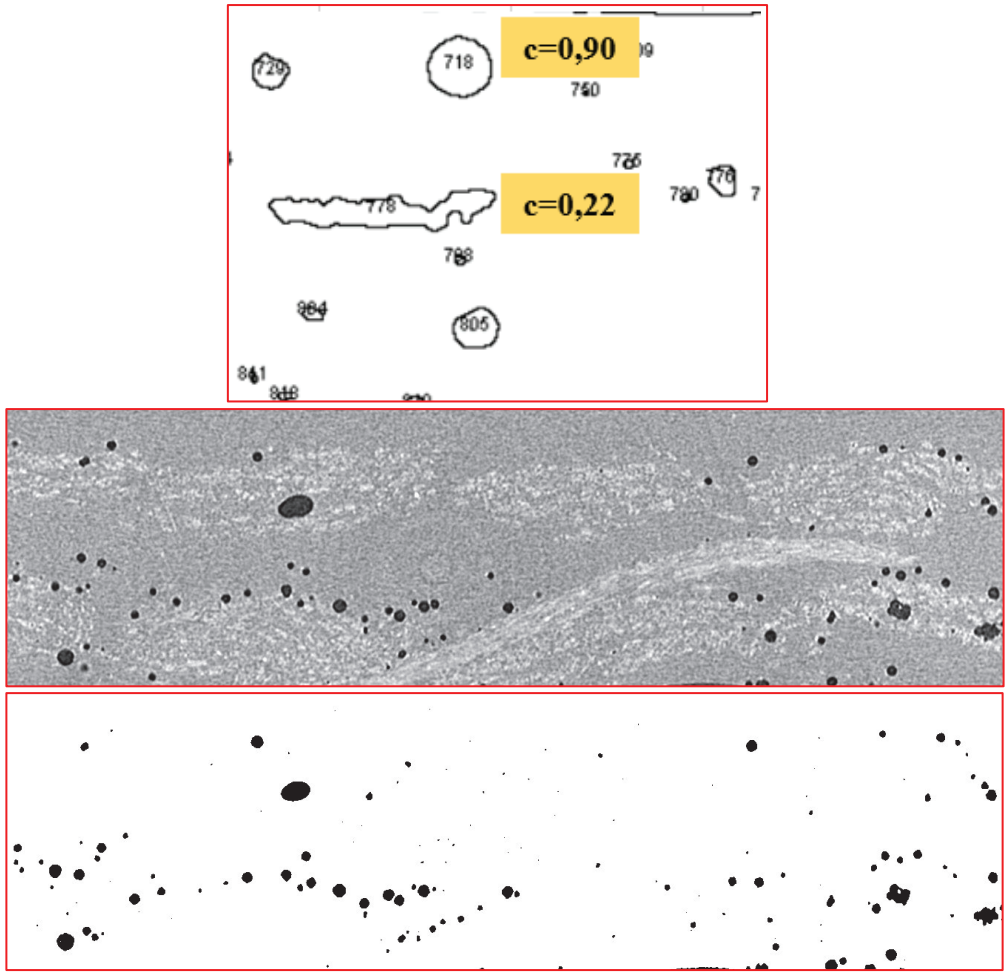


Figure 99 : (a) Discrimination entre une microfissure et un pore en se basant sur l'indice de circularité (Zombré, 2019) (b) image non traitée (c) élimination de la couleur grise et conservation de la couleur noire pour l'analyse de porosité

2.3.3. Essais de caractéristique des propriétés mécaniques des composites et interfaces composite/béton

2.3.3.1. Essai de traction simple

L'essai de traction simple a notamment comme objectifs la détermination de la loi de comportement du composite avec le calcul de la contrainte à la rupture, la détermination du module d'élasticité, la mesure de la déformation ultime, et la connaissance des modes de rupture des éprouvettes soumises à des vieillissements. Cet essai est effectué selon la norme ISO 527-4 (1997) et les recommandations de l'AFGC (2011).

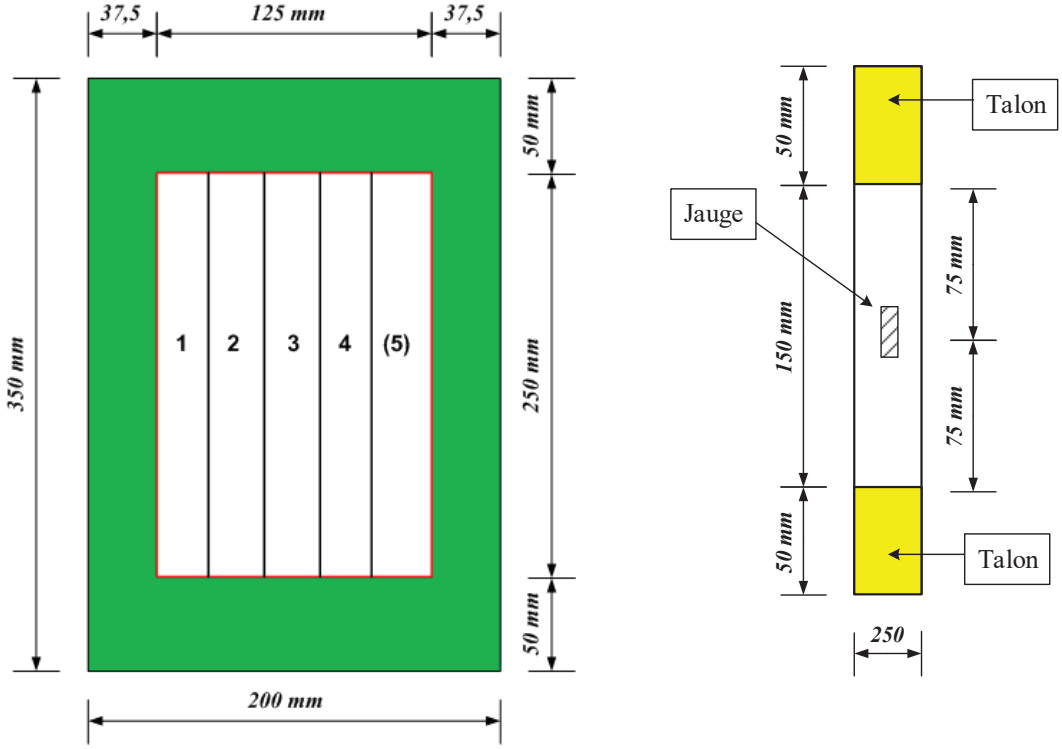
2.3.3.1.1. Préparation des éprouvettes

L'essai de traction simple est réalisé sur les deux composites ainsi que sur les matrices seules.

- *Préparation des éprouvettes de composite*

Les plaques de composite de section 200x350 mm^2, une fois sorties du bain, de l'enceinte ou retirées du portique, sont découpées en éliminant la zone verte de la Figure 100(a). Des talons de longueur 50mm sont confectionnés de part et d'autre de la plaque en collant de l'EPONAL 380 sur toutes les faces pour assurer rapidement une bonne adhésion entre les talons et la surface de composite. Cela permet de renforcer ces zones destinées à être serrées dans les mors de la machine d'essai. La plaque est ensuite coupée en 5 éprouvettes grâce à une scie

diamantée refroidie à l'eau. Deux éprouvettes sur 5 sont instrumentées d'une jauge (type KYOWA KFGS-120 ohms), positionnée au centre, pour mesurer les déformations (Figure 100(b)).



(a) *(b)*

Figure 100- (a) Coupe du contour d'une plaque, (b) Eprouvette à tester

- *Préparation des éprouvettes de matrice*

Les échantillons de matrice ont été fabriqués dans des moules plastiques ayant les dimensions recommandées par l'AFGC (2011) (Figure 101). Pour chaque échéance de vieillissement sont préparés 3 échantillons de matrice, dont deux sont instrumentés d'une jauge (type KYOWA KFGS-120 ohms) pour mesurer les déformations.

Données en mm							
L	**A**	**B**	**E**	**F**	**C**	**D**	**R**
50 ± 0.5	60 ± 0.5	10 ± 0.5	3.7 ± 0.5	≥ 150	20 ± 0.5	115 ± 0.5	≥ 60

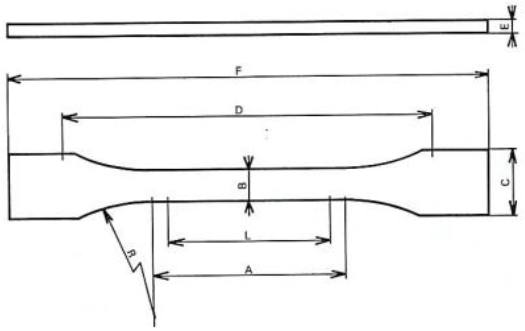


Figure 101- Géométrie d'une éprouvette de matrice

2.3.3.1.2. Test de traction simple

L'essai de traction simple est réalisé avec une machine ZWICK de capacité 100 kN. Les extrémités des éprouvettes munies de talons sont serrées dans les mors. L'essai est piloté en déplacement, à une vitesse de 1 mm/min conformément aux normes précitées (Figure 102).

Les forces (F), les déplacements de la traverse et les déformations (ε) (si présence d'une jauge) sont enregistrées toutes les 0,5 secondes.

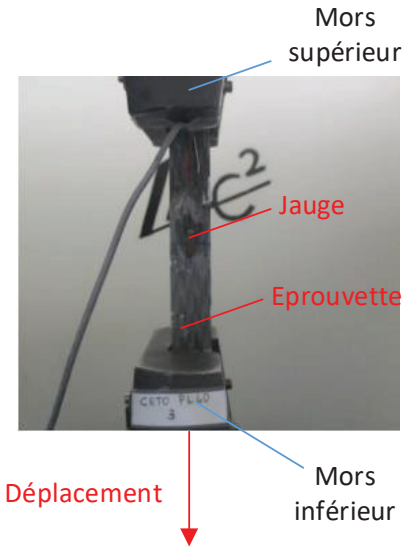


Figure 102- Test de traction d'une éprouvette de PRFC

Toutes ces étapes de préparation ainsi que le test de traction simple doivent prendre moins de 2 jours pour limiter la reversibilité des évolutions de propriétés mécaniques après séchage (Savvilotidou et al, 2017). Weitsman et Guo (2002) ont observé que certains processus de dégradation (par exemple, phénomène de plastification) étaient partiellement réversibles. Lors de séchage, la mobilité moléculaire diminue et les propriétés mécaniques sont recouvrées : le module et la résistance tendent vers ceux de l'échantillon non vieilli (Mercier, 2006).

2.3.3.1.3. Exploitation

Le calcul des performances mécaniques, et notamment celui des contraintes, repose sur la définition d'une épaisseur de l'échantillon. Or, dans le cas d'une confection des composites par moulage au contact, l'épaisseur finale de matériau est difficile à contrôler. En revanche, le nombre de plis de tissus est parfaitement maîtrisé. Dans un contexte de renforcement des structures, il est donc courant de raisonner préférentiellement sur l'épaisseur totale de tissus (épaisseur fictive) pour le calcul des contraintes ou de travailler à partir de l'effort de traction repris par la largeur d'éprouvette de façon à s'affranchir du calcul d'épaisseur. La Figure 103 présente les différentes dimensions d'une éprouvette de traction. Tout d'abord, la largeur moyenne (b) est la moyenne de trois largeurs mesurées sur trois différentes sections d'une éprouvette (au centre et sur deux sections proches des talons). Puis, la hauteur moyenne (h) est calculée à partir des trois hauteurs mesurées sur les mêmes sections que précédemment. Ensuite, l'épaisseur fictive (h_{fic}) est définie par l'épaisseur des couches de fibres de renfort au sein de la matrice, l'épaisseur d'une couche étant fournie dans les documentations techniques des fournisseurs. Pour le composite à base de fibres de carbone et résine époxyde TFC (PRFC), Freyssinet fournit l'épaisseur fictive pour une couche de fibres de carbone bidirectionnelle de 0,48 mm, donc, le h_{fic} du PRFC est de **0,96 mm**. Le Groupe Depestele (2016, 2017) donne une épaisseur fictive pour une couche de fibres de lin unidirectionnelle de 0,49 mm, et cette valeur a été appliquée dans la recherche de Hallonet (2016). Pour le composite à base de fibres de lin et résine bio-sourcée (PRFL), le h_{fic} est donc de **0,98 mm** (Figure 103)

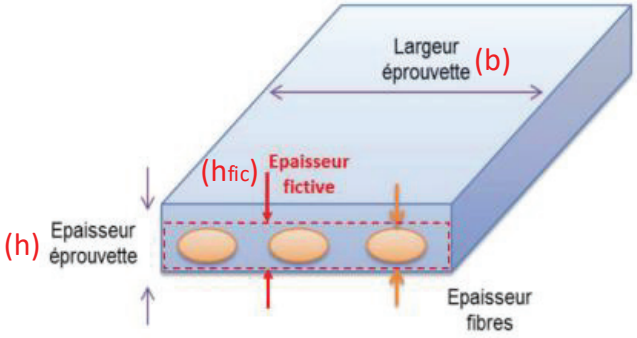
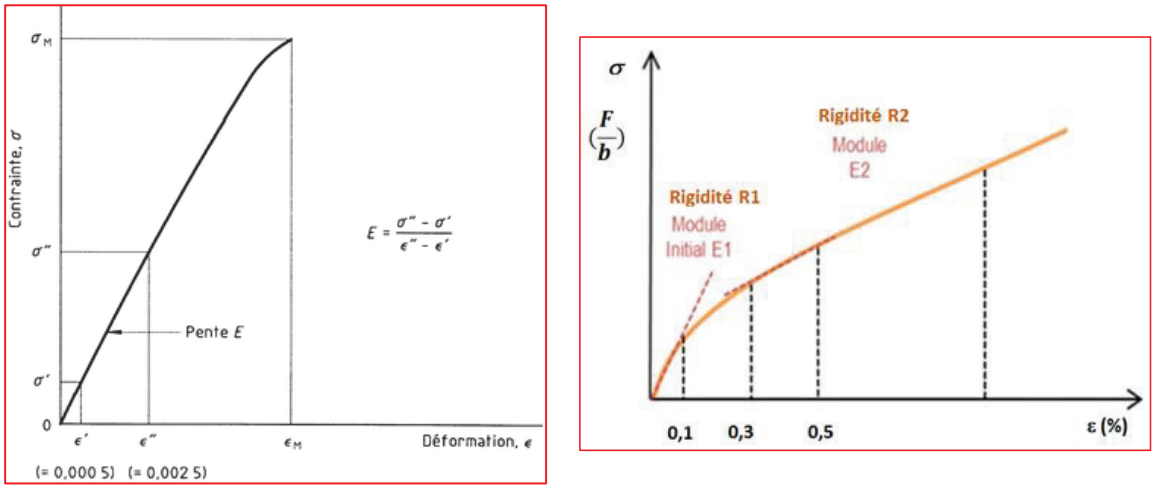


Figure 103- Dimensions de la section tranversale d'une éprouvette

Pour le PRFC dont le comportement est quasi linéaire, le module d'élasticité (E) est obtenu par la pente de la courbe contrainte/ déformation dans la gamme de déformations allant de 0,05% à 0,25% (norme ISO 527) (Figure 104(a)). En revanche, pour le PRFL dont le comportement n'est pas linéaire, deux modules sont calculés, pour les deux segments de déformation : [0-0,1%] et [0,3%-0,5%] (Figure 104b) (Bensadoun et al, 2016).



(a) *(b)*

Figure 104- (a) Exploitation des résultats pour un PRFC, (b) Exploitation des résultats pour un PRFL

Le Tableau 29 fournit une synthèse des formules de calcul des performances mécaniques pour les deux composites , PRFC et PRFL.

Tableau 29 – Synthèse des formules pour calculer les performances mécaniques

Composite	Valeur par unité de largeur	Valeur réelle sur la section transversale	Valeur nette sur la section fictive
PRFC	Effort : (kN/mm) $\mathbf{T} = \frac{F}{b}$ Rigidité : (kN/mm) $\mathbf{R} = \frac{T(0{,}25)-T(0{,}05)}{0{,}25\%-0{,}05\%}$ Déformation ultime : ε_{max} (%)	Contrainte : MPa $\sigma = \frac{F}{b.h}$ Module : GPa $\mathbf{E} = \frac{\sigma(0,25)-\sigma(0{,}05)}{0{,}25\%-0{,}05\%}$ Déformation ultime : ε_{max} (%)	Contrainte nette : $\sigma_{fic} = \frac{F}{b.hfic}$ (MPa) Module : GPa $\mathbf{E}_{fic} = \frac{\sigma(0,25)-\sigma(0{,}05)}{0{,}25\%-0{,}05\%}$ Déformation ultime : ε_{max} (%)
PRFL	Effort : (kN/mm) $\mathbf{T} = \frac{F}{b}$ Rigidité1:(kN/mm) $\mathbf{R_1} = \frac{T(0,1)}{0{,}1\%}$ Rigidité2:(kN/mm) $\mathbf{R_2} = \frac{T(0{,}5)-T(0{,}3)}{0{,}5\%-0{,}3\%}$ Déformation ultime : ε_{max} (%)	Contrainte : MPa $\sigma = \frac{F}{b.h}$ Module E_1 : GPa $\mathbf{E_1} = \frac{\sigma(0,1)}{0{,}1\%}$ Module E_2 : GPa $\mathbf{E_2} = \frac{\sigma(0{,}5)-\sigma(0{,}3)}{0{,}5\%-0{,}3\%}$ Déformation ultime : ε_{max} (%)	Contrainte nette : $\sigma_{fic} = \frac{F}{b.hfic}$ (MPa) Module net 1 : GPa $\mathbf{E}_{1fic} = \frac{\sigma(0,1)}{0{,}1\%}$ Module net 2 : GPa $\mathbf{E}_{2fic} = \frac{\sigma(0{,}5)-\sigma(0{,}3)}{0{,}5\%-0{,}3\%}$ Déformation ultime : ε_{max} (%)

2.3.3.2. Dispositifs de mesure de l'émission acoustique

2.3.3.2.1. Objectifs de l'émission acoustique

La mesure de l'Emission Acoustique (EA) est réalisée lors des essais de traction simple sur les éprouvettes de composites pour suivre et analyser les différents mécanismes d'endommagement mis en jeu. Divers endommagements comme la fissuration matricielle, la décohésion fibre/matrice, la rupture de fibres de renfort peuvent apparaitre lors d'un essai de traction. Ces endommagements s'accompagnent de déplacements locaux au sein du matériau qui génèrent des ondes. Des capteurs d'EA, collés sur les éprouvettes et associés à un système d'acquisition, permettent de détecter et recueillir ces ondes et de les décrire à l'aide de caractéristiques mesurables (descripteurs). L'analyse de ces descripteurs peut permettre de distinguer les différents types d'endommagement et ensuite d'étudier les variations de ces endommagements sous l'effet des conditions environnementales auxquelles les composites sont soumis.

2.3.3.2.2. Instrumentation d'émission acoustique

Un système d'EA se compose usuellement de capteurs, de préamplificateurs et d'un logiciel d'acquisition des données.

Les capteurs sont disposés sur la surface d'une éprouvette grâce à une graisse ayant pour but d'assurer une transmission des ondes correcte entre le matériau testé et le capteur. Les capteurs piézoélectriques (Figure 105a), permettant de convertir les vibrations mécaniques en signaux électriques, sont largement utilisés pour les mesures d'EA. La plage de fréquences de fonctionnement est un élément important dans le choix d'un capteur d'EA. La plage des fréquences étudiées s'échelonne généralement de 50 kHz à 1 MHz. En se basant sur les recommandations du groupe MISTRAS pour l'étude des composites, le capteur µ80 a été

sélectionné pour cette recherche (Figure 105b). Ce capteur a pour principaux avantages : une plage de fréquences relativement étendue allant de 200kHz à 900 kHz, une bonne sensibilité aux signaux EA même en présence d'un bruit de fond élevé, un diamètre de 10mm compatible avec les largeurs d'éprouvette de 25mm.

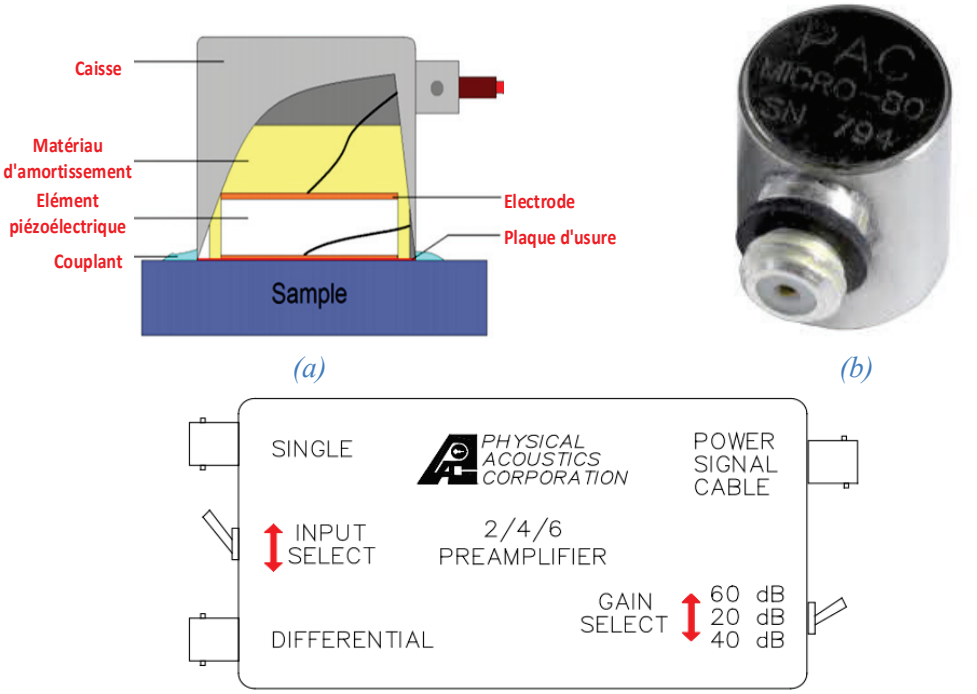


Figure 105 – (a) Structure d'une capteur piézoélectrique (Collins, 2010)
(b) Capteur µ80 d'EA (c) Préamplificateur 2/4/6 du système d'EA de MISTRAS (PAC Corporation)

Le signal en sortie de capteur est très faible (équivalent mV ou moins), un préamplificateur est nécessaire pour amplifier la tension du signal afin de l'amener au système d'acquisition dans de bonnes conditions. Le préamplificateur est directement connecté au capteur, il est alimenté en courant continu directement par le système. La Figure 105c présente un préamplificateur 2/4/6 fourni par MISTRAS (PAC Corporation), tel que ceux utilisés dans cette recherche. Les caractéristiques du préamplificateur 2/4/6 sont les suivantes :

- Préamplificateur à usage général avec gain de 20/40/60 dB (2/4/6).
- Alimentation 28V DC.
- Grande gamme dynamique < 90dB
- Température : - 40° C to + 65° C
- Faible bruit <2 microvolts rti
- Option alimentation externe séparée 28V ou +/-15 V DC

2.3.3.2.3. Réglage des données d'entrée pour l'acquisition

Un système d'acquisition est utilisé pour recueillir les signaux issus des préamplificateurs, les enregistrer et les traiter. Le système utilisé est un système MISTRAS avec une carte d'acquisition de type Express 8 (autorisant jusqu'à 8 voies d'acquisition) et muni du logiciel AE Win. Pour filtrer les bruits provenant de l'environnement et distinguer les différentes salves acoustiques émises lors de l'endommagement du matériau, il convient de sélectionner rigoureusement les paramètres d'entrée du logiciel AE Win. La Figure 106 illustre

quatre de ces paramètres importants : le seuil (Threshold), le temps de définition du pic (PDT), le temps de définition d'une salve (HDT) et le temps de non-acquisition de salve (HLT).

Dans ce système, sauf recours à la fonction « streaming », l'enregistrement du signal est déclenché par un dépassement de seuil. Ce seuil d'acquisition est fixé par l'opérateur et doit avoir une valeur légèrement supérieure au bruit de fond afin de l'éliminer. Le PDT permet d'assurer l'identification correcte de l'amplitude (Peak amplitude) et du temps de montée (Rise time). L'HDT assure que chaque onde élastique générée au sein d'un échantillon est enregistrée par un seul événement. L'HLT est un « temps mort » d'acquisition du signal. Il prévient et élimine des faux signaux ou une décroissance d'un signal (un signal à partir de la fin de l'HLT-Figure 106).

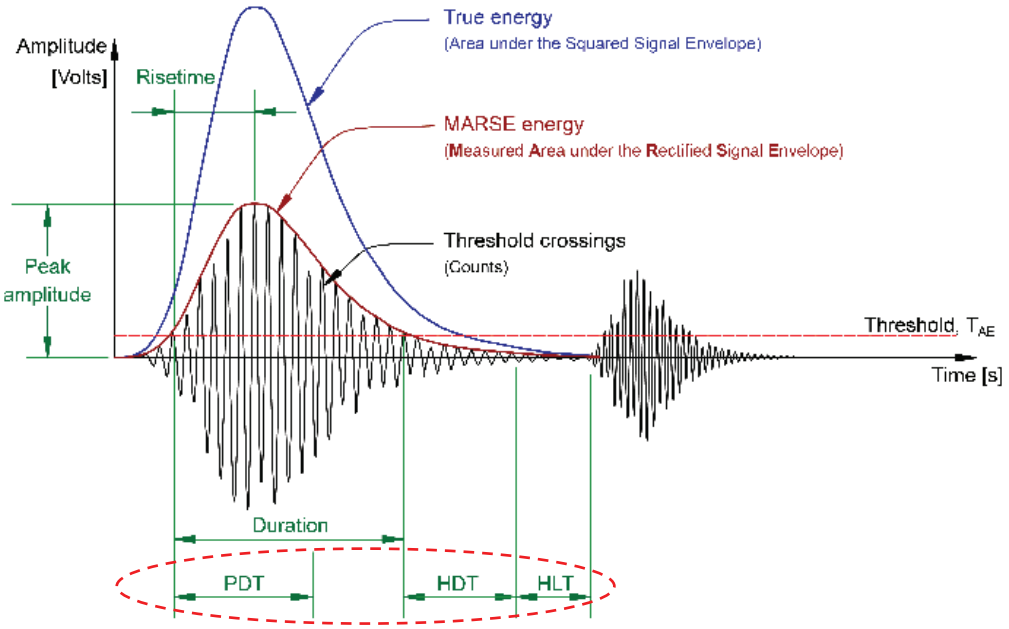
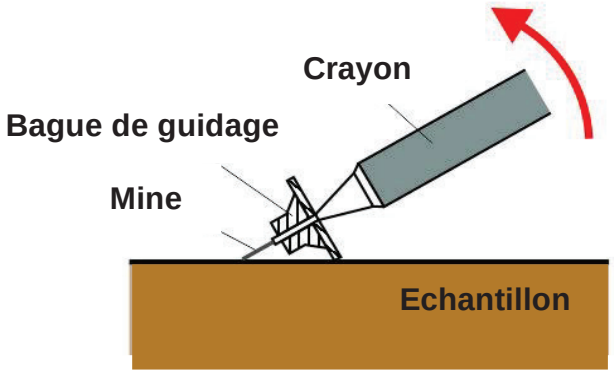


Figure 106 – Paramètres nécessaires pour une mesure d'EA (Unnorsson, 2013)

Avant chaque essai, les paramètres du système d'acquisition sont calibrés en réalisant des tests de cassés de mine (source HSU-Nielsen). Le test de cassés de mine est basé sur la norme NF EN 1330-9 (2017) et permet de valider le fonctionnement et la calibration des capteurs EA. Tout d'abord, la tête de la mine et la bague de guidage doivent toucher simultanément la surface de l'échantillon (Figure 107). Puis, l'angle entre le crayon et la surface d'un échantillon est augmenté jusqu'à provoquer une fracture de la mine. Une onde haute fréquence est alors générée et se propage vers les capteurs d'EA. La visualisation des salves enregistrées permet d'évaluer la calibration des paramètres d'acquisition des signaux.



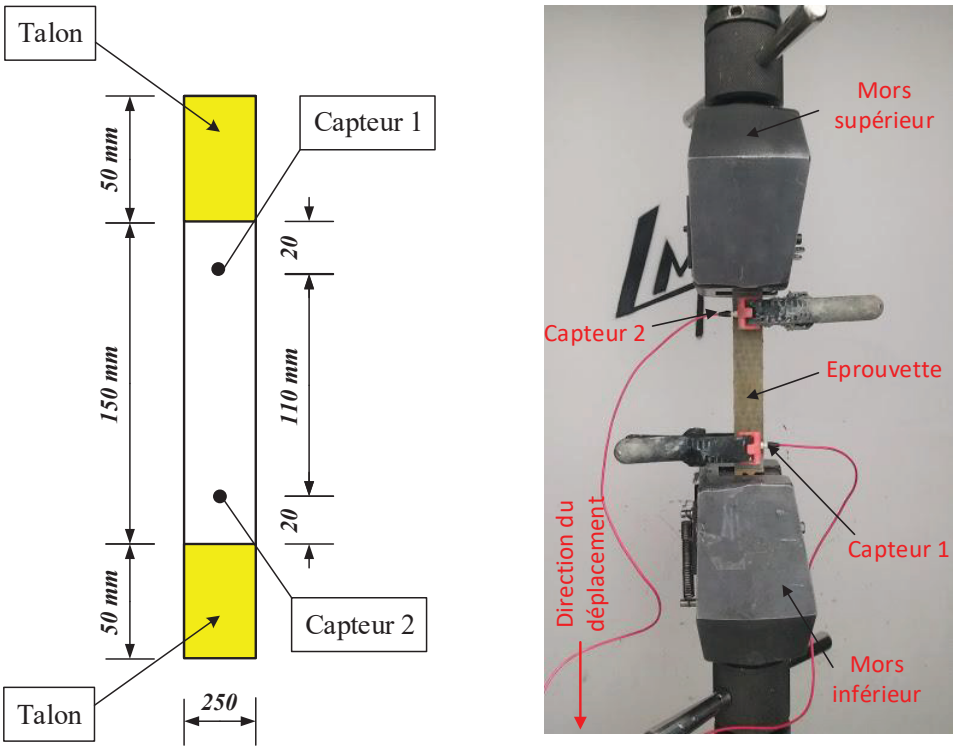
Type de crayon à mine : 2H, diamètre de 0,3mm à 0,5mm

Figure 107 –Source HSU-Nielsen d'ondes ultrasonique

Dans cette étude, un seuil de 35 dB a été adopté, des valeurs de 60 µs, 120 µs et 300µs sont respectivement choisies pour PDT, HDT et HLT.

2.3.3.2.4. Mesure d'EA pendant l'essai de traction simple

La Figure 108 présente les positions des deux capteurs µ80 sur la surface d'une éprouvette de PRFL (Figure 108(a)) et la disposition d'une éprouvette dans les mors de serrage de la machine de traction (Figure 108(b)). Les deux capteurs, recouverts de graisse, sont maintenus sur l'éprouvette grâce à deux serre-joints. Une fois ceux-ci positionnés, le travail de réglage des paramètres de reconnaissance des salves (paragraphe 2.3.3.2.3) et notamment, les cassés de mine, peuvent être effectués.



(a) (b)

Figure 108 – (a) Disposition des capteurs µ80 d'EA (b) Test de traction simple et mesure d'EA

Il n'y a pas d'interconnexion entre le système d'EA et la machine de traction. La synchronisation temporelle entre les deux systèmes pour l'exploitation des données doit être faite a posteriori. Pour minimiser les erreurs potentielles, le lancement des différentes acquisitions a fait l'objet du protocole suivant. Dans l'ordre : la première étape est le lancement de l'EA, la deuxième étape est de débuter la mesure des déformations et dans un dernier temps, le déplacement de la machine ZWICK est imposé à vitesse constante. Les intervalles de temps entre ces différentes étapes sont notés pour obtenir une synchronisation correcte des différents résultats obtenus.

2.3.3.2.5. Méthodes d'analyse des signaux EA

Pour réduire les bruits parasites et augmenter le rapport signal à bruit des signaux enregistrés, un filtre passe-haut est appliquée, éliminant les fréquences inférieures à 20 kHz (Yilmaz et Yildiz, 2017) (Tabrizi et al, 2019) (Ali et al, 2019).

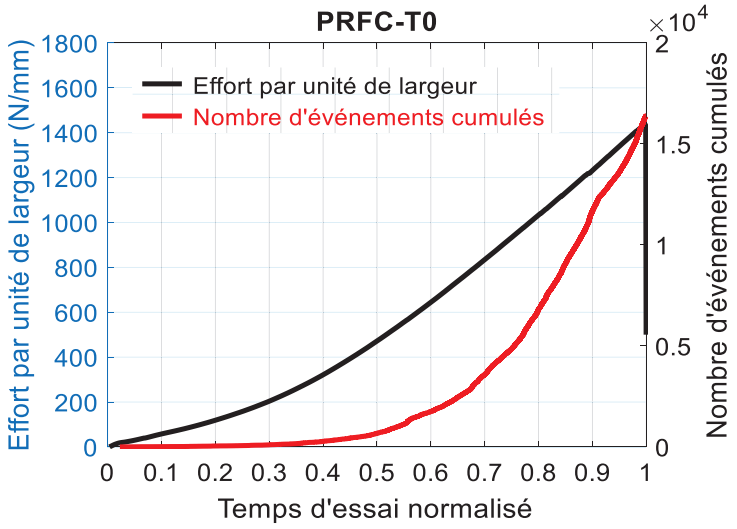
L'objectif est de contribuer à établir les relations entre l'activité acoustique émise lors d'un essai de traction et l'état mécanique du composite sollicité. Différentes méthodes d'analyse des signaux EA sont employées à cette fin :

- Suivi du nombre d'événements cumulés enregistrés au cours de l'essai de traction.
- Calcul de la fonction de Sentry qui considère simultanément les activités mécanique et acoustique et peut être considérée comme un indicateur d'endommagement
- Un regroupement des signaux EA par une méthode de classification non supervisée dans l'objectif de mieux comprendre les modes d'endommagement mis en jeu.

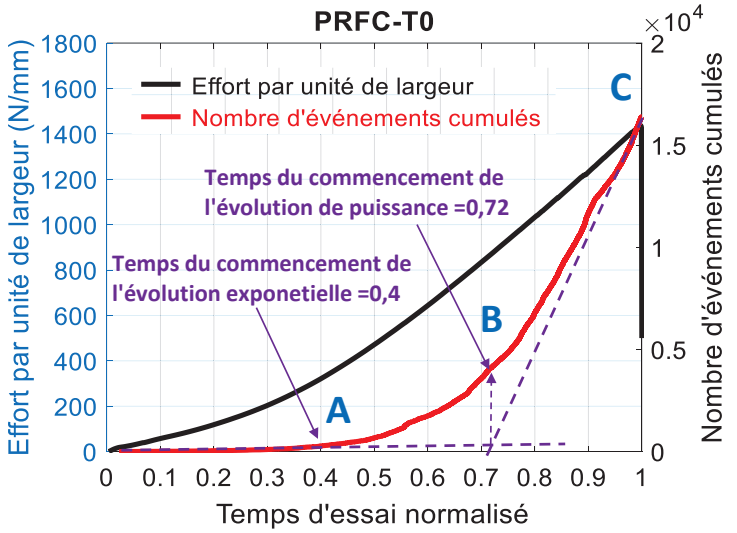
- *Analyse des coudes des courbes d'événements cumulés*

La Figure 109a montre une courbe du nombre d'événements cumulés en fonction du temps d'essai normalisé. Il existe un temps (correspondant à un niveau de sollicitation) pour lequel le taux d'émission acoustique augmente fortement, par exemple, le temps entre 0,7 et 0,8 (Figure 109a). Ce temps est associé à une transition entre micro dommages et macro dommages au sein du matériau (Baensch, 2015) (Kuznetsova et al, 2013). Le suivi de cette transition au cours du vieillissement renseigne donc sur l'état d'endommagement du matériau.

(a)



(b)



(c)

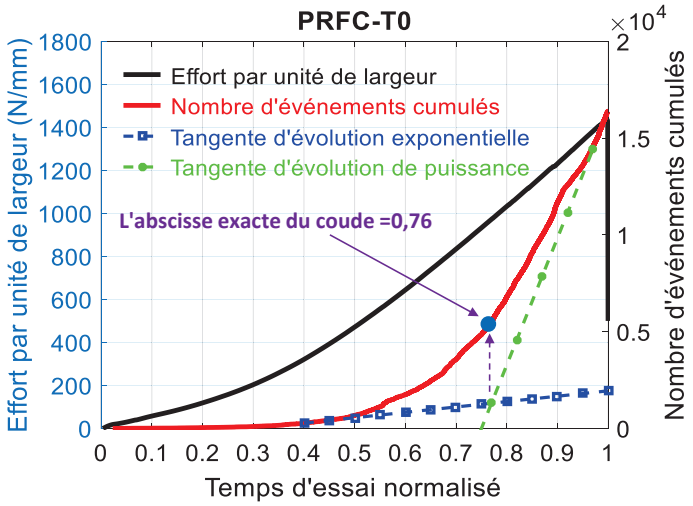


Figure 109 – (a) Evolution du nombre d'événements cumulés (b) Méthode de déterminer la position du coude sur une courbe du nombre d'événements cumulés (c) Détermination de la position exacte d'une coude

Selon la Figure 67 (paragraphe 1.3.2.1.1) cette courbe suit une évolution exponentielle avant le coude puis puissance après le coude. Cette observation est utilisée dans cette thèse afin de situer la position du coude sur les données expérimentales. Au début du chargement, le nombre d'événements cumulés évolue linéairement jusqu'au point A (Figure 109b). Ce point marque également le début de l'évolution exponentielle qui s'étendra jusqu'au coude B. De même, avant la rupture, le nombre d'événements cumulés évolue linéairement. Le point C marque le début de cette dernière partie linéaire. Entre B et C, l'évolution est de type puissance.

Des régressions non linéaires ont été appliquées sur les données expérimentales pour trouver ces évolutions exponentielle et puissance (*1.8*)(*1.9*). En réalité, les courbes des deux équations ne se croisent parfois pas, donc la position du coude est finalement définie par l'intersection des tangentes aux points A et C (Baensch, 2015) (Figure 109c). Plusieurs caractéristiques de ce coude, par exemple, le nombre d'événements cumulés, la valeur de déformation, l'effort par unité de largeur sont suivies pour analyser les influences des conditions V4 et VL sur les composites PRFC et PRFL.

- *Calcul de la fonction Sentry*

La fonction Sentry (paragraphe 1.3.2.1.1) est basée sur l'énergie acoustique absolue et sur l'énergie de déformation. A l'instant t, l'énergie de déformation (E_{stiff}) est définie par l'aire en dessous de la courbe force/déplacement (Figure 110). Les énergies absolues d'EA sont aussi cumulées jusqu'à l'instant t pour obtenir l'énergie d'EA cumulée (E_{ac}). L'objectif de l'analyse de la fonction Sentry est de détecter l'apparition des micro-dommages ou macro-dommages et de voir l'influence des conditions de vieillissement (VL, V4) sur l'initiation de ces endommagements.

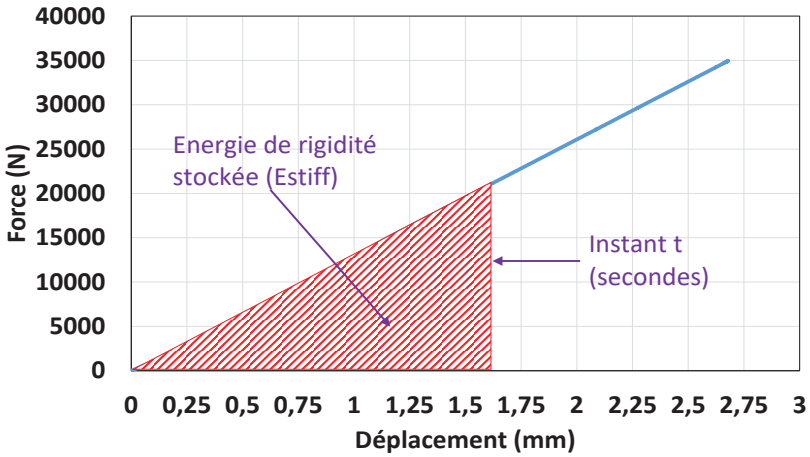


Figure 110: (a) calcul de l'énergie de rigidité stockée du composite PRFC

- *Regroupement statistique des signaux EA*

La fonction Sentry et l'analyse des coudes sur les courbes d'événements cumulés fournissent donc une approche globale de l'endommagement et permettent de déterminer les temps d'apparition des endommagements les plus sévères. Pour aller plus loin dans l'analyse et caractériser le type de dommage se produisant dans le matériau en fonction du chargement, un regroupement statistique des données acoustiques est mis en œuvre.

Choix des descripteurs pertinents

Le choix des paramètres acoustiques (descripteurs) sur lesquels va s'appuyer le regroupement statistique est d'une importance capitale puisqu'il conditionne les groupes (aussi appelés classes) obtenus. Sause et al (2012) ont établi que les descripteurs fréquentiels présentaient de meilleures capacités discriminatives que les descripteurs temporels pour identifier les mécanismes d'endommagement dans le cas de PRF. Ainsi six descripteurs du domaine fréquentiel ont été sélectionnés pour cette analyse : la Fréquence au Pic (FP), le Barycentre fréquentiel (FC), la Fréquence au Pic Pondérée (FPP), la Puissance Partielle 1 sur la gamme [0 - 200 kHz] (PP1), la Puissance Partielle 2 sur la gamme [200kHz - 400 kHz] (PP2), la Puissance Partielle 3 sur la gamme [400kHz - 1000 kHz] (PP3).

Les descripteurs ont des domaines de définition différents, par exemple, la FP (0-1000 kHz) et le PP1 (0-100%). Pour les rendre comparables, la normalisation (*2.3*) est utilisée.

$$X_j = \frac{Y_j - \mu}{\sigma} \qquad (2.3)$$

Où : μ est la valeur moyenne de Y_j, σ est l'écart-type de Y_j

Analyse en Composantes Principales (ACP)

L'ACP (paragraphe 1.3.2.1.3) est appliquée sur les six descripteurs normalisés du domaine fréquentiel pour une éprouvette non vieillie et des éprouvettes vieillies soumises à V4 et VL. La Figure 111 présente les parts d'information capturées par chaque composante principale. Sur cette figure, les histogrammes et la courbe permettent de visualiser le cumul de variance expliquée. Pour ces deux configurations, les trois premières composantes principales capturent plus de 95% de l'information et serviront de données d'entrée pour l'algorithme de classification.

La contribution de chaque descripteur aux deux premières composantes principales est analysée. Les fréquences au pic (FP), pondérée (FPP) sont d'importants contributeurs à la CP1. Les descripteurs Barycentre fréquentiel (FC) et les puissances partielles 2 (PP2) et 3 (PP3)

contribuent fortement à la CP2 (Figure 112). Les couples de descripteurs FP/FC et PP2/FPP ou PP3/FPP ont donc été retenus pour les représentations 2D dans la suite de ce travail.

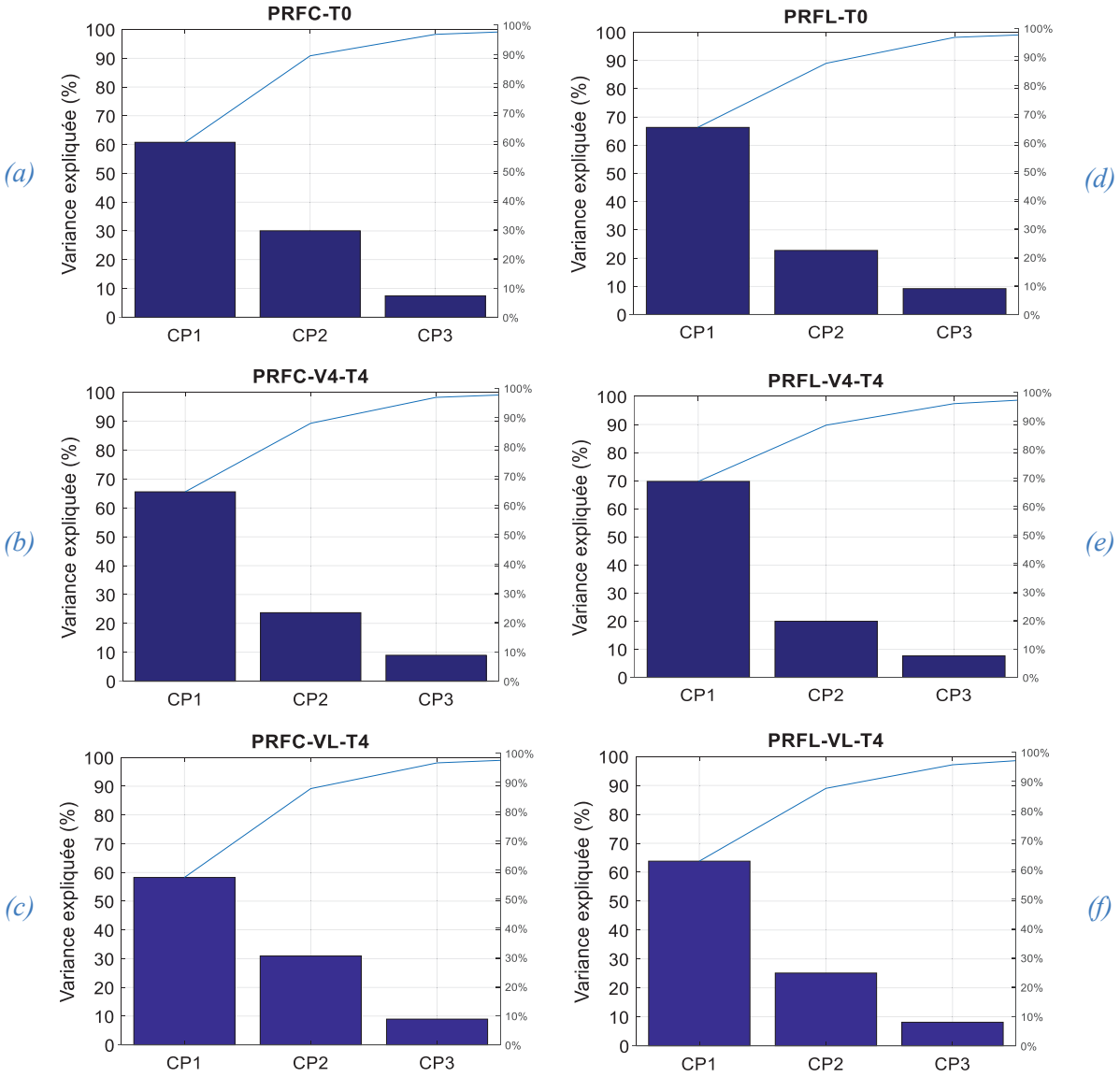


Figure 111: Variance restituée par les différentes composantes principales (a-c) Composite PRFC (d-f) Composite PRFL

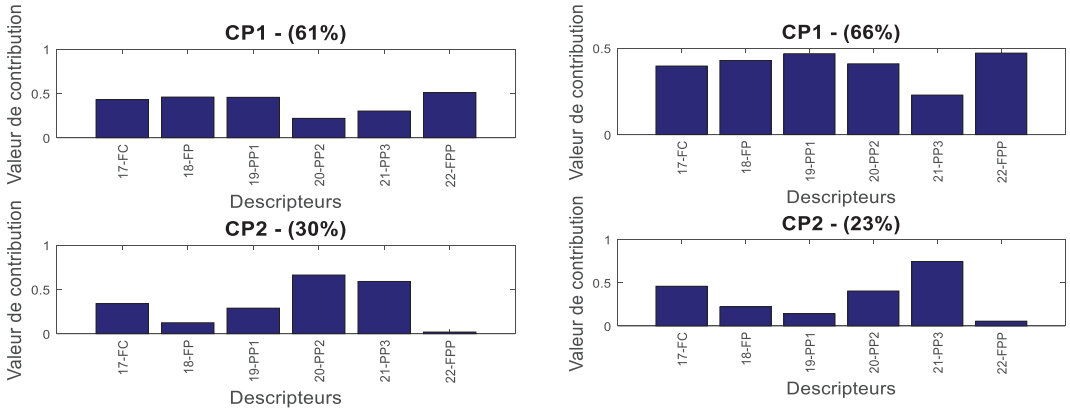


Figure 112: Contribution de chaque descripteur sélectionné sur deux premières composantes principales : (a) composite PRFC (b) composite PRFL

- *Partitionnement en K-moyennes*

La méthode des K-moyennes est appliquée pour un nombre de classes allant de 2 à 8. Les critères Davies Bouldin et Silhouette sont calculés pour évaluer les qualités des partitions obtenues. La Figure 113 montre les évolutions de ces deux indicateurs pour les deux composites: PRFC et PRFL non vieillis (T0) et de ceux après 24 semaines des vieillissements V4 et VL. Dans tous les cas, le choix de trois classes conduit au meilleur compromis pour la partition des données acoustiques.

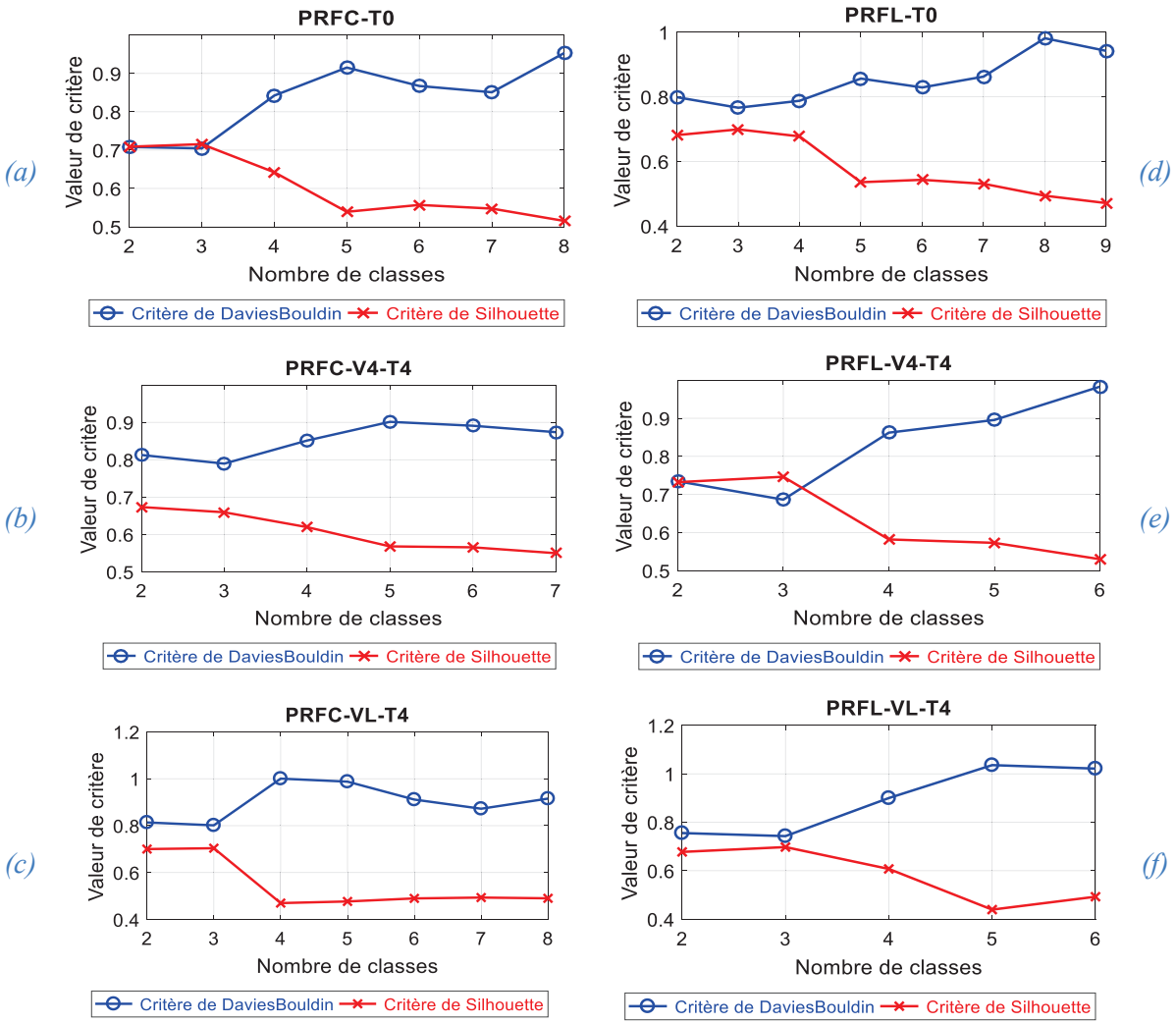


Figure 113: Indicateurs Davies Bouldin et Silhouette pour : (a-c) composites PRFC (d-f) composites PRFL

2.3.3.3. Essai de cisaillement en traction

Cet essai permet la détermination de la résistance en cisaillement de l'interface fibre/ matrice. Dans cet essai, deux éprouvettes de composite sont liées entre elles par la résine sur une longueur de recouvrement L (Figure 114a). On vient ensuite appliquer un effort de traction en s'appuyant sur les extrémités libres des deux éprouvettes. Une sollicitation de cisaillement est alors créée dans la zone de recouvrement.

Dans les recommandations de l'AFGC (2011), la longueur de recouvrement entre deux plis (L sur la Figure 114a) doit être plus grande que 14 mm mais cette longueur recommandée est difficile à contrôler car le maintien des plis pendant l'imprégnation est difficile en pratique. De plus, la largeur d'une éprouvette n'est pas exactement de 25mm à cause de la procédure de coupe et de l'épaisseur de la scie. Par conséquent, l'éprouvette testée doit être remesurée pour

obtenir sa longueur (L) et sa largeur (b) et la résistance au cisaillement est alors déterminée par l'équation (2.4). Le F_{max} est la force maximale enregistrée à la rupture.

$$\tau_{cis} = \frac{F_{max}}{b.L} \qquad (2.4)$$

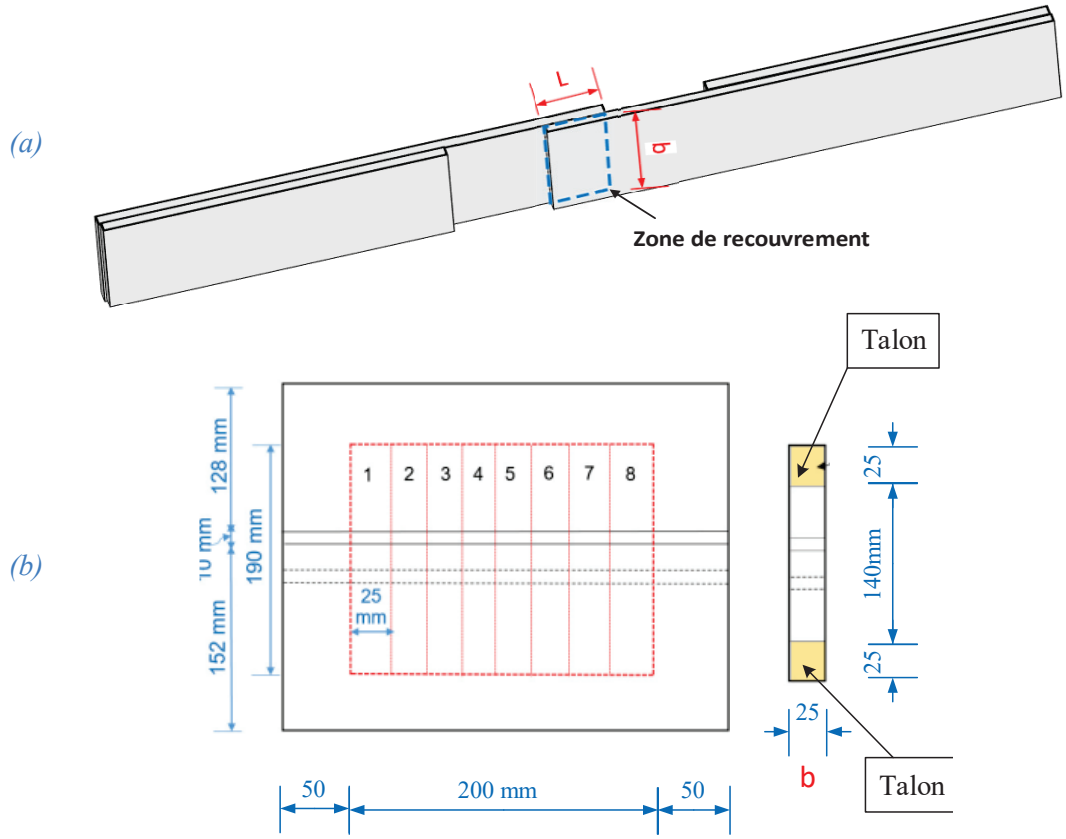


Figure 114 – Préparation d'une éprouvette pour l'essai de cisaillement en traction

Les étapes de préparation des éprouvettes et de l'essai de cisaillement interlaminaire sont les mêmes que celles de l'essai de traction simple (Figure 114b).

2.3.3.4. Essai de flexion 3 points à courte portée

Lorsque la résistance au cisaillement interlaminaire d'un composite est supérieure à sa résistance en traction, une rupture transversale du composite apparait plus tôt qu'une rupture au cisaillement lors d'un essai de cisaillement interlaminaire (Figure 115a). Dans ces cas-là, il est préférable d'utiliser l'essai de flexion 3 points à courte portée en se basant sur la norme NF EN ISO 14130 (Chlela, 2019) pour mesurer les caractéristiques en cisaillement du composite.

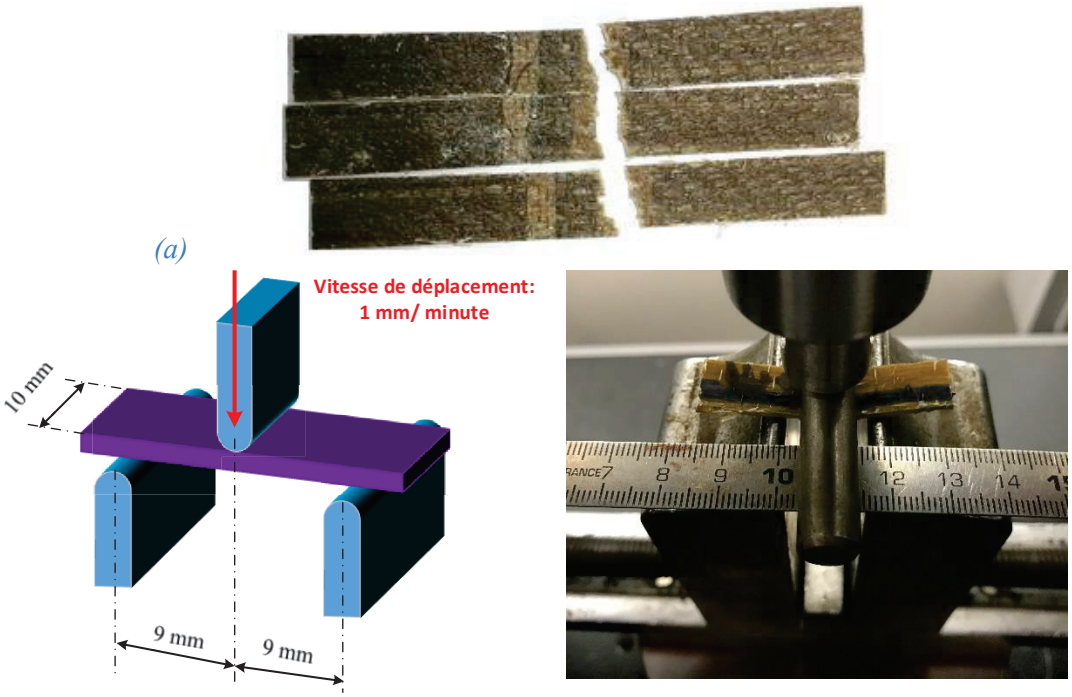


Figure 115 – (a) rupture transversale du composite PRFL par essai de cisaillement en traction, (b) shéma de montage de l'essai de flexion 3 points, (c) essai de flexion 3 points au laboratoire LMC²

Cet essai a pour but de déterminer la résistance au cisaillement entre les fibres de lin et la résine bio sourcée. Grâce à une courte portée (moins de 5 fois l'épaisseur du composite PRFL- Figure 115b), une rupture de cisaillement d'une éprouvette de dimensions 10x50 mm² apparaît plutôt qu'une rupture en flexion. Une vitesse de déplacement de 1 mm/minute est appliquée et la Figure 115c présente un test réalisé au laboratoire LMC² pour le PRFL. La résistance au cisaillement interlaminaire est calculée par l'équation (2.5)

$$\tau_{cis} = \frac{3}{4}\frac{F_{max}}{b.h} \qquad (2.5)$$

Où : Fmax est la force maximale enregistrée à la rupture
b est la largeur moyenne d'une éprouvette
h est l'épaisseur moyenne d'une éprouvette

2.3.3.5. Essai d'arrachement composite/béton

Cet essai détermine la résistance à l'arrachement d'un joint de l'interface composite/béton (MPa). La base de cet essai est la traction directe de la surface du composite grâce à un chargement de traction sur la pastille métallique collée sur cette surface (Figure 116a) (AFGC, 2011).

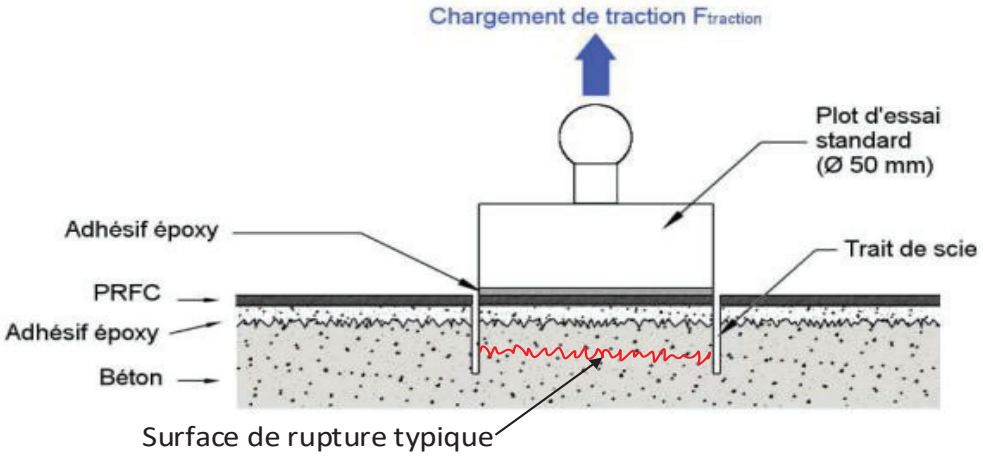
Chaque dallette, une fois sortie du bain ou de l'enceinte de vieillissement, est pesée en utilisant une balance de précision de 0,01 kg pour connaître sa prise en eau. Elle est ensuite partiellement carottée du côté destiné à être renforcé, sur des profondeurs allant jusqu'à 3 à 5mm dans le béton, à l'aide d'une carotteuse sur colonne, en prenant soin d'utiliser un niveau pour vérifier l'horizontalité de la dallette pendant le carottage. Le diamètre extérieur de carottage correspond à la taille des pastilles métalliques qui seront collées sur le renfort (soit 50mm) et sur lesquelles sera appliqué un effort de traction (Figure 116a). La profondeur du forage dans le béton, de 3 à 5 mm, doit être contrôlée pour éviter l'influence d'une grande profondeur dans le béton sur les résultats finaux. Cinq à six carottages ont été effectués sur

chaque dallette. L'EPONAL 380 est utilisée pour coller ces pastilles sur la surface du composite. Une cure de 24 heures en conditions ambiantes doit ensuite être respectée.

L'essai d'arrachement est effectué en se basant sur la norme ASTM D7522 (2015)pour le test d'arrachement d'un composite collé sur un support du béton. Le dynamomètre Proceq DY-216 permet l'application de la charge de traction, à une vitesse imposée de 0,015 MPa/s. Avant de lancer l'essai d'arrachement, il convient de vérifier les mises à niveau de la surface du composite sur la dallette, à l'aide d'un niveau à bulle rapporté, ainsi que du dynamomètre Proceq DY-216, à l'aide du niveau à bulle qui lui est intégré.

Quand une éprouvette est cassée, son mode de rupture a été noté en s'appuyant sur les modes de rupture répertoriés sur la Figure 117(b) et la valeur de la résistance d'arrachement au moment de la rupture a été aussi enregistrée.

(a)



(b)

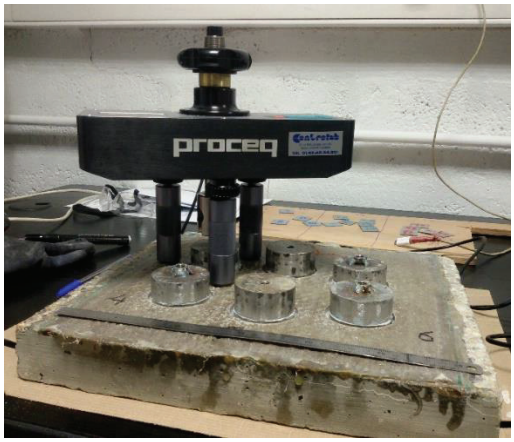
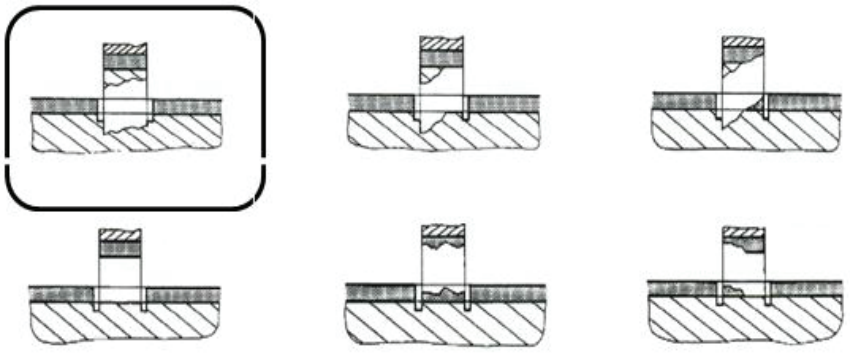


Figure 116 – (a)Préparation d'une dallette pour essai d'arrachement (b) Essai d'arrachement de l'interface composite/ béton



a) Failure type 1 (in the concrete)
(b) Failure type 2a (in the concrete with partial peeling of the composite)
(c) Failure type 2b (mixed fracture in the concrete and composite)
(d) Failure type 3 (delamination of the composite)
(e) Failure type 4a (cohesive rupture in the composite)
(f) Failure type 4b (fracture in the composite accompanied by partial delamination)

Figure 117 – Modes de rupture de l'essai d'arrachement

2.3.3.6. Essai de double cisaillement

Le principe de l'essai de double cisaillement est une traction de deux blocs de béton dans deux directions opposées. La force appliquée sur deux blocs de béton est transmise à deux bandes de composite de renforcement par une sollicitation de cisaillement sur des joints de colle entre ce composite et la surface des deux blocs de béton. Les données des différentes propriétés mécaniques d'un joint de colle sont enregistrées grâce à des jauges et des capteurs de déplacement.

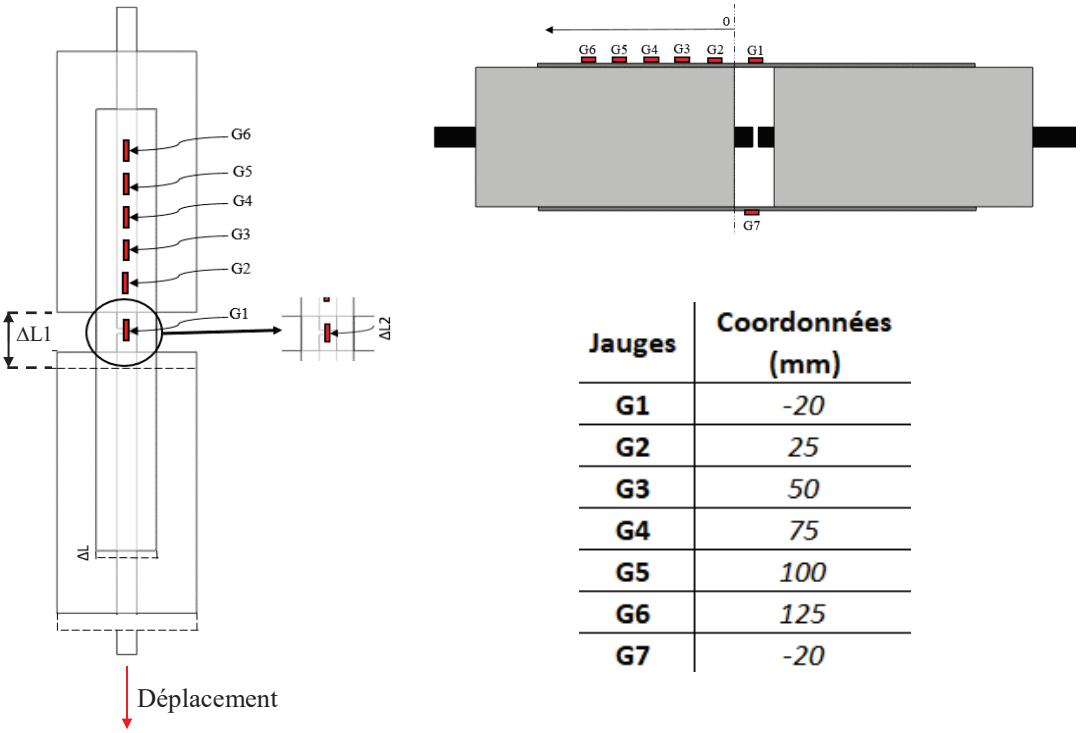
Les essais de double cisaillement se basant sur les recommandations de l'AFGC permettent de caractériser les différentes performances mécaniques d'un joint de colle :

- La détermination du comportement du joint au cours du chargement
- Le calcul de la résistance ultime en cisaillement du joint de recouvrement à l'interface
- Le suivi de l'endommagement par l'évolution des modes de rupture,
- L'évaluation de la longueur d'ancrage qui correspond à la longueur efficace au-delà de laquelle le renfort ne « travaille » plus.
- L'estimation du module de cisaillement,
- L'analyse du comportement des contraintes locales en analyse discrète.

2.3.3.6.1. Instrumentation des essais

Pour chaque échéance de vieillissement, trois éprouvettes de double cisaillement sont sorties du bain et séchées pendant une heure. La première éprouvette est notée « totalement instrumentée » et les 2 autres sont dites « moins instrumentées ». Pour la première éprouvette totalement instrumentée, six jauges (type KYOWA KFGS-120 ohms), sont disposées sur la surface de l'une des bandes composites, espacées entre elles de 25 mm comme sur la Figure 118. Ces six jauges nommées G1…G6 permettent d'obtenir les déformations sur la zone de collage du composite. La jauge G7 est collée sur la bande de composite opposée, au milieu de la zone libre. Les deux jauges G1 et G7, symétriquement collées, conduisent à mesurer le déplacement relatif du renfort $\Delta L2$ en se basant sur leurs déformations enregistrées et sur la distance de l'espace vide entre deux blocs. Deux capteurs de déplacement (LVDT) (de type RDP 105) sont disposés sur les surfaces libres des deux blocs de béton et permettent de suivre

le déplacement relatif, ΔL1, entre ces deux extrémités de blocs de béton. Pour les deux autres éprouvettes, moins instrumentées, seules les deux jauges G1 et G7 ainsi que les deux LVDT sont positionnés. Le suivi de la déformation le long de la longueur de collage n'est pas réalisé.



Jauges	Coordonnées (mm)
G1	-20
G2	25
G3	50
G4	75
G5	100
G6	125
G7	-20

Figure 118 – Disposition des jauges sur une éprouvette pour l'essai de double cisaillement

2.3.3.6.2. Exploitation

L'essai de double cisaillement est réalisé avec une machine de traction universelle ZWICK/1475 avec une vitesse de déplacement imposée de 1 mm/min. Le mode de rupture pour chaque éprouvette est noté en référence aux différents modes de rupture présentés sur la Figure 23.

- *Contrainte moyenne de cisaillement :*

La contrainte moyenne de cisaillement appliquée au joint de colle est calculée par la formule (2.*6*)

$$\tau_{ad} = \frac{F}{S_{collage}} \qquad (2.6)$$

avec :

τ_{ad} : contrainte moyenne du cisaillement (MPa) ;

F=N/2 : effort repris par un plat composite ;

N : la charge en traction appliquée sur la tête de deux blocs de béton.

$S_{collage}$: surface de collage (12000 mm2 pour un stratifié)

La contrainte de cisaillement ultime ($\tau_{ad,u}$) est la contrainte moyenne de cisaillement à la rupture calculée selon l'équation (2.*7*) :

$$\tau_{ad,u} = \frac{F_u}{S_{collage}} \qquad (2.7)$$

$F_u=N_u/2$: effort à rupture repris par un plat composite ;

- *Déformation de cisaillement et module de cisaillement*

L'écartement mesuré par les LVDT (écartement des 2 blocs, ΔL1) provient de l'allongement ΔL2 (allongement du composite seul) ainsi que du glissement ΔL du composite sur le béton (Figure 118) et la relation ΔL1=ΔL+ΔL2 peut être établie.

La déformation de cisaillement ($\varepsilon_{xy,adu}$) moyenne est déduite par la relation (2.8):

$$\varepsilon_{xy,ad} = \frac{\Delta L1 - \Delta L2}{2 * t_{ad}} \qquad (2.8)$$

t_{ad} : épaisseur du joint de colle (mm) . A défaut de mesure précise, une épaisseur de 0,3 mm pour un moulage au contact est considérée.

Le module de cisaillement (G_{ad}) de l'interface (en MPa) est alors évalué par la relation suivante :

$$G_{ad} = \frac{\tau_{ad}}{\varepsilon_{xy,ad}} \qquad (2.9)$$

- *Comportement : contraintes moyennes - déformations moyennes*

La courbe contraintes moyennes - déformations moyennes, $\tau = f(\varepsilon_{xyad})$, définit la loi de comportement en cisaillement de l'interface. Cette loi est bi-linéaire comme le représente la Figure 119.

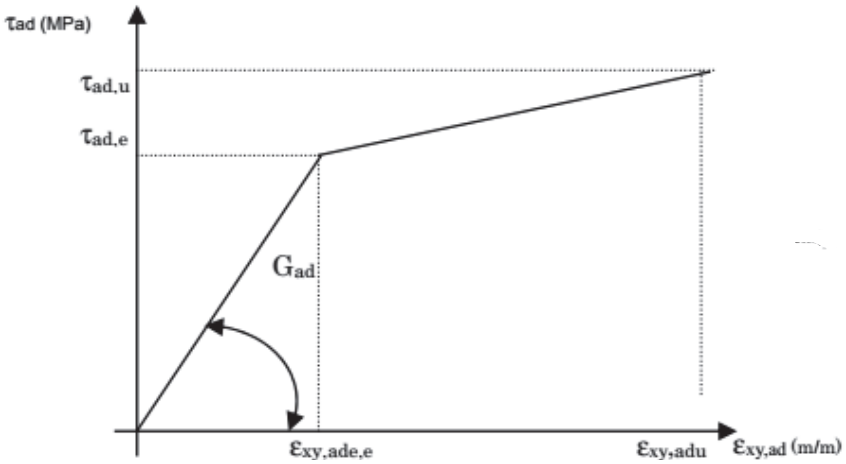


Figure 119 : Loi de comportement en cisaillement de l'interface (AFGC, 2011)

- *Limite d'élasticité en cisaillement :*

La contrainte moyenne à la limite de linéarité ($\boldsymbol{\tau_{ad,e}}$) est définie comme étant la valeur de la contrainte moyenne correspondant au début de rupture du plan de collage définie sur la courbe par une variation significative (supérieure à 10 %) de la pente initiale du diagramme ($\boldsymbol{\tau_{ad,e}, \varepsilon_{xy,ad}}$). Cette valeur doit être considérée pour le calcul de la longueur d'ancrage du renfort.

- *Contraintes:*

Les contraintes le long du composite sont calculées comme la contrainte moyenne dans l'épaisseur du composite entre deux jauges de déformation de la façon suivante :

$$F = \sigma . S = \left(E_f . \varepsilon_f\right) \times \left(b_f . t_f\right) \qquad (2.10)$$

$$\tau = \frac{\Delta F}{b_f . \Delta x} = \frac{\left(E_f . \Delta\varepsilon_f\right) \times \left(b_f . t_f\right)}{\Delta x} = E_f . \frac{\left(\Delta\varepsilon_f\right) \times \left(t_f\right)}{\Delta x} \qquad (2.11)$$

Avec :

τ la contrainte au point considéré,

b_f la largeur du composite,

t_f l'épaisseur du composite,

E_f le module élastique du composite,

$\Delta\varepsilon_f$ la déformation du composite entre les deux jauges

et Δx la distance entre les deux jauges.

La contrainte est une estimation de la contrainte entre 2 jauges.

- *Profil de contraintes et de déformations :*

Les profils de contraintes de cisaillement ou de déformations locales sont tracés en fonction de la distance à l'extrémité chargée et en fonction du chargement appliqué et permettent de déterminer la longueur d'ancrage efficace L_{eff}. En effet Serbescu et al (2013) ont proposé une méthode de la détermination de L_{eff} en se basant sur les profils de contraintes de cisaillement locales. La Figure 120 présente deux courbes correspondant à 90 % et 95% de la force ultime, qui montrent premièrement un décalage de la position de 65 mm à 180 mm sur la contrainte de cisaillement locale au pic. Cette évolution indique que la première rupture est apparue sur la position de la jauge à distance de 10 mm, donc la longueur de transfert doit être augmentée. En effet, la longueur d'ancrage efficace L_{eff} est la distance mesurée sur la courbe de 90% de la force ultime entre le coté repris de charge jusqu'à la position où sa contrainte de cisaillement locale est égale à zéro. Cette méthode du calcul de L_{eff} a été aussi validée dans diverses recherches des performances mécaniques d'un collage composite/béton (Yang et Li, 2019) (Mukhtar, 2019).

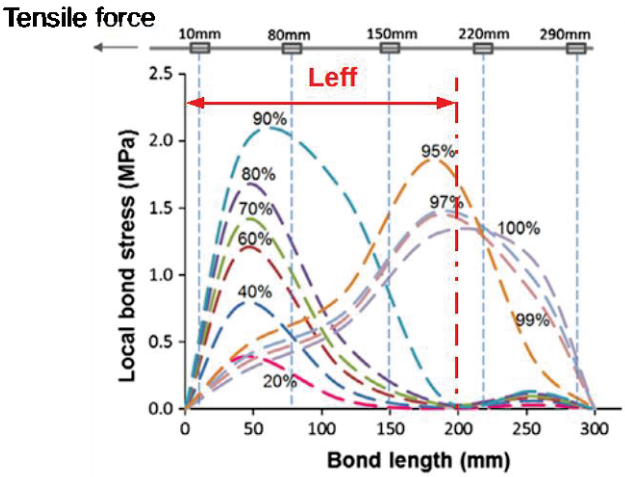


Figure 120 : Profil de contraintes de cisaillement locales (Serbescu et al, 2013)

2.4. PROGRAMME EXPERIMENTAL

Dans le cadre du projet MICRO, les plaques des composites et les éprouvettes de béton ont été fabriquées et mises en vieillissement depuis 2016. Les résultats des tests après 3 mois (T3), 6 mois (T6) et 12 mois (T12) des vieillissements accélérés et ceux à l'issue de la première année de vieillissement naturel sont présentés dans les deux thèses de Zombré (2019) et de Chlela (2019). Pour cette thèse, l'échéance de T24 mois des vieillissements accélérés et les vieillissements naturels de 2 ans, 3 ans et les échéances supplémentaires sont analysés (Texte en violet sur toutes les figures ci-après).

Le plan d'expérience du vieillissement accéléré et du vieillissement naturel est décrit pour :

- La traction simple sur la **Figure 121**
- Le cisaillement interlaminaire sur la **Figure 122**
- L'essai d'arrachement sur la **Figure 123**

- Le double cisaillement pour le comportement du joint de colle sur la **Figure 124**
- Les essais physico-chimiques sur la **Figure 125**

❖ VIEILLISSEMENT ACCELERE ET NATUREL

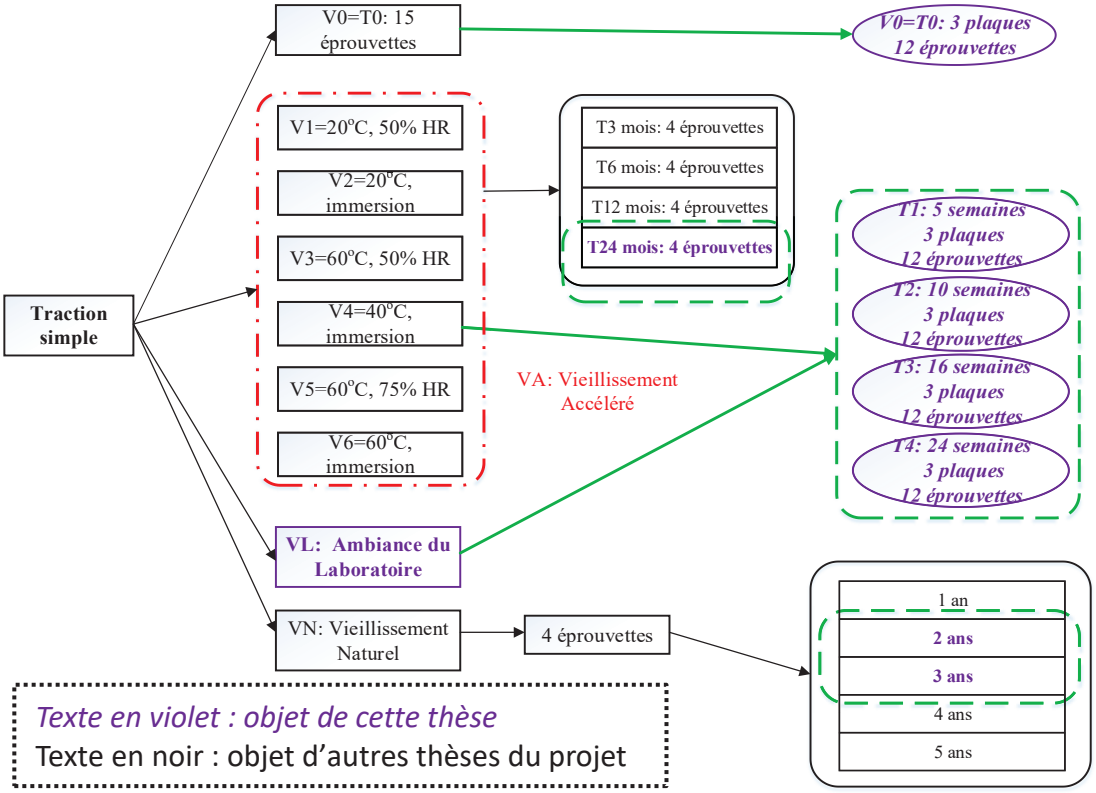


Figure 121 : Plan d'expérience pour les essais de traction simple

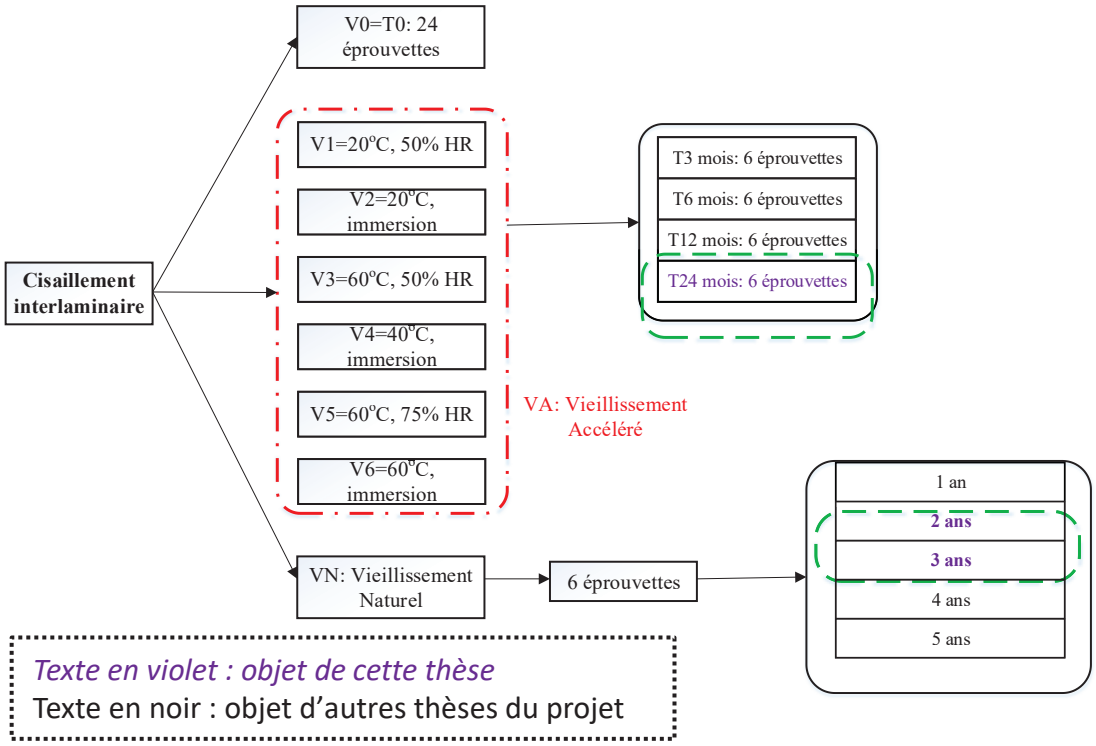


Figure 122 : Plan d'expérience pour les essais de cisaillement interlaminaire

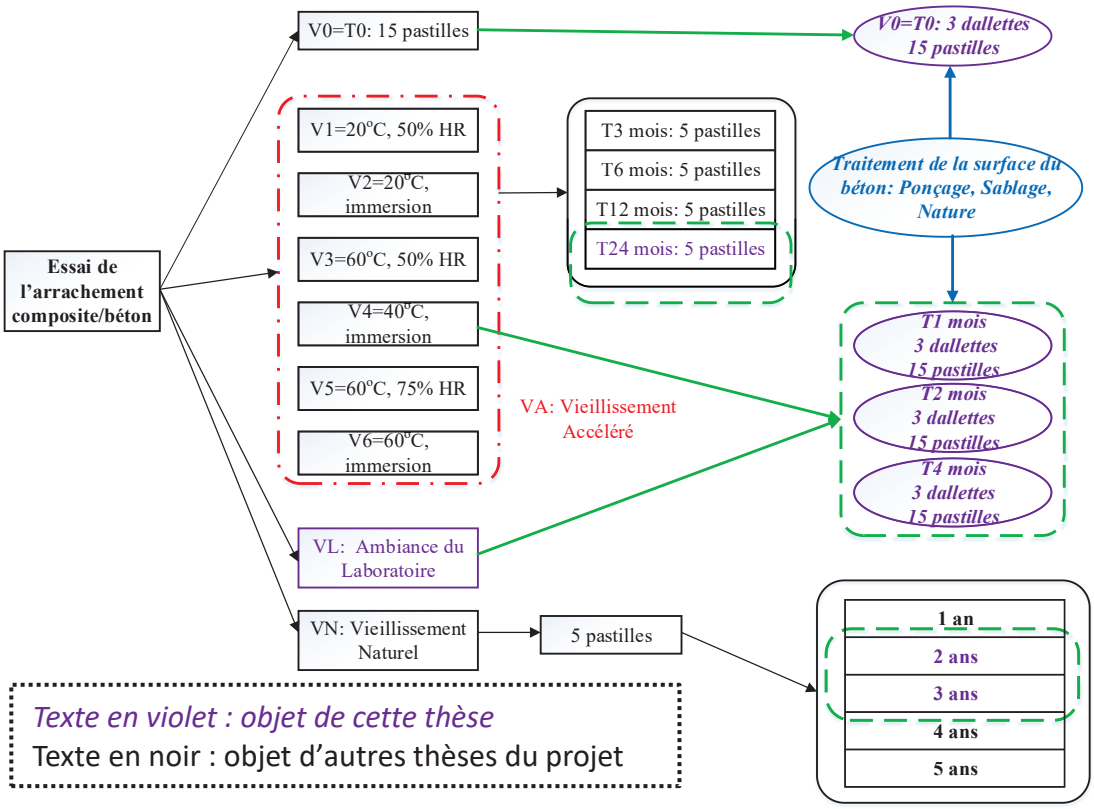


Figure 123 : Plan d'expérience pour les essais d'arrachement par traction directe

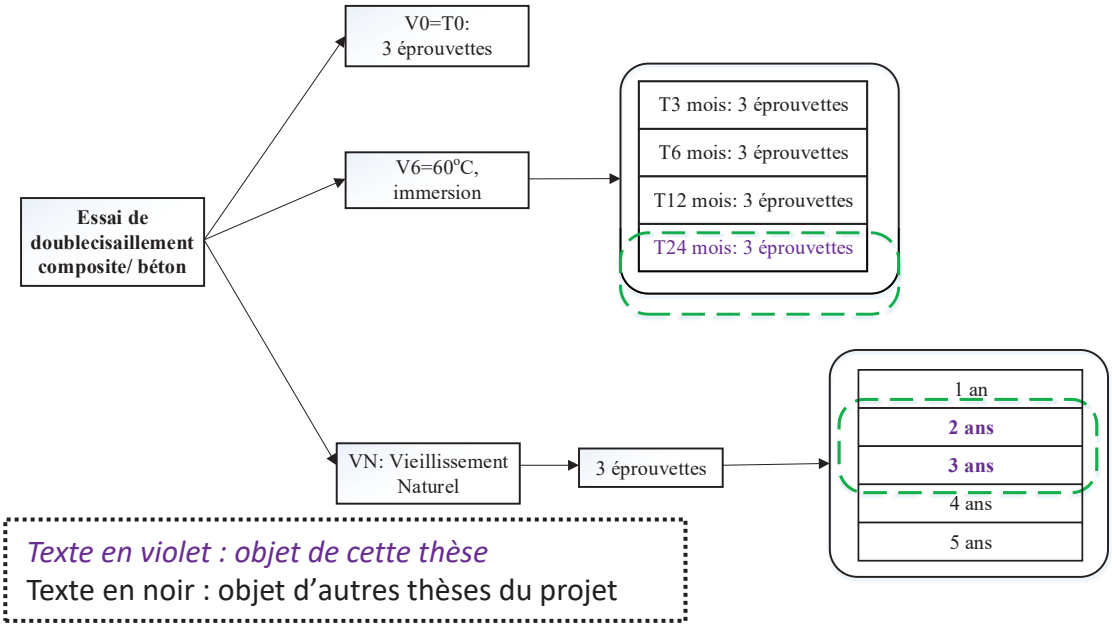


Figure 124 : Plan d'expérience pour les essais de double cisaillement

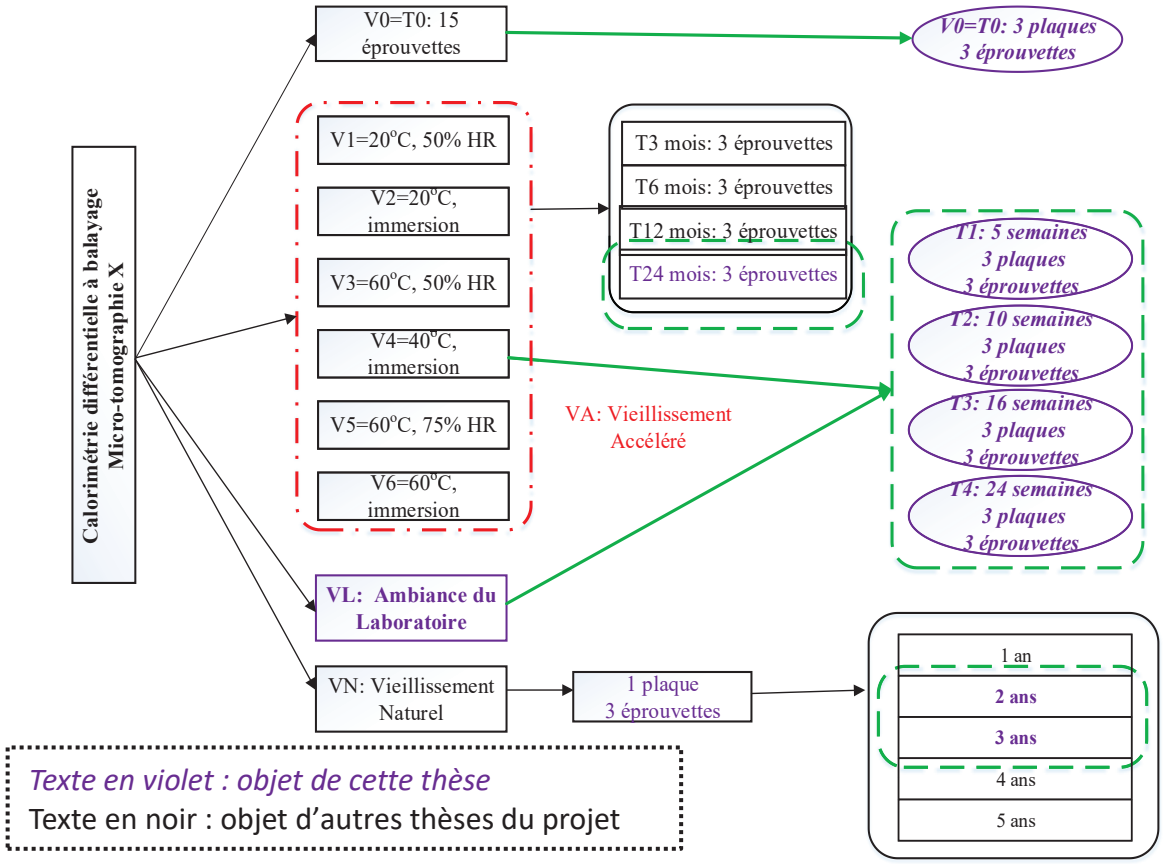


Figure 125 : Plan d'expérience pour les essais physico-chimiques

2.5. CONCLUSION

En résumé, ce chapitre présente principalement les matériaux utilisés, les techniques de fabrication des éprouvettes, les protocoles de vieillissement et les essais pour caractériser les performances physico-chimiques et mécaniques. Deux matériaux composites ont été utilisés dans cette thèse : un composite traditionnel à base de fibres de carbone bidirectionnelles et de la résine époxyde TFC (PRFC) et un composite plus innovant à base de fibres de lin unidirectionnelles et d'une résine époxyde partiellement bio-sourcée. Grâce à la technique du moulage au contact, des plaques de ces deux composites ont été fabriquées. Des dallettes de béton ont été renforcées en vue de réaliser des essais de pastillage et des éprouvettes de double cisaillement ont également été confectionnées.

En se basant sur l'étude bibliographique, la température et l'humidité sont les deux facteurs sélectionnés pour construire les six différentes conditions de vieillissement accéléré (hygrothermique) de cette recherche. Une partie des essais de vieillissement accéléré a démarré en 2016 et les échéances à 3, 6, 12 et 24 mois ont été exploitées dans le cadre de précédentes thèses. L'analyse de ces résultats a mis en évidence la nécessité d'ajouter des échéances intermédiaires pour mieux comprendre les résultats entre T3 mois et T6 mois. En conséquence, de nouvelles séries de vieillissement accéléré ont été confectionnées dans cette thèse et quatre nouvelles échéances à 5, 10, 16 et 24 semaines viennent compléter les travaux antérieurs. Une nouvelle condition de vieillissement, dans l'environnement ambiant du laboratoire, est également étudiée avec 4 échéances de test et proche du VN ou du V1. Le vieillissement naturel (à Villeurbanne (69)) a été lancé en juin 2017 pour une période de 3 ans, avec des caractérisations effectuées chaque année pour toutes les plaques des deux composites et les éprouvettes de béton renforcées par les deux composites.

La mesure de prise de masse et l'essai de calorimétrie différentielle à balayage permettent de déterminer le coefficient de diffusion d'eau et la température de transition vitreuse des deux matériaux composites pour chaque échéance de vieillissement. Par ailleurs, les propriétés mécaniques des composites sont caractérisées par l'essai de traction simple, l'essai de cisaillement interlaminaire tandis que celles de l'interface composite/ béton sont mesurées par l'essai d'arrachement composite/béton et l'essai de double cisaillement. En appliquant une mesure d'émission acoustique sur l'essai de traction simple des composites, les endommagements au sein du composite lors d'un essai de traction simple sont suivis. Une étude sur l'influence de l'état de surface du béton sur les essais d'arrachement nous a paru intéressante.

Le chapitre suivant est consacré aux résultats expérimentaux sur les composites seuls. Les résultats physico-chimiques et mécaniques sont rapportés et les différents endommagements au sein des composites sont aussi analysés.

CHAPITRE 3. RESULTATS EXPERIMENTAUX DES COMPOSITES

Ce chapitre présente l'évolution des propriétés physiques et mécaniques des deux types de composites sous les différentes conditions du vieillissement pour mieux appréhender l'effet du vieillissement accéléré et naturel.

La première partie de ce chapitre est consacrée aux résultats de la résine TFC et du composite à base de fibres de carbone (PRFC). Dans un premier temps, la prise de masse mesurée de la résine TFC et du PRFC permet d'analyser la cinétique de sorption tandis que les températures de transition vitreuse déterminées par l'essai de Calorimétrie différentielle à balayage (DSC) fournissent des informations sur les changements physiques de la résine TFC pour chaque échéance du vieillissement. Dans un deuxième temps, les performances mécaniques de la résine TFC et du PRFC comme la contrainte, l'effort sur unité de largeur, le module, la rigidité, la déformation ultime sont analysées pour chaque échéance du vieillissement grâce à l'essai de traction simple. Lors des essais de traction des éprouvettes mises au vieillissement V4 (immersion dans l'eau de 40°C) et VL (condition ambiante) une analyse des données d'émission acoustique (EA) conduit à étudier les évolutions de chaque type d'endommagement du PRFC. Dans un troisième temps, l'analyse des résultats d'essai de cisaillement interlaminaire vise à appréhender le vieillissement de l'interface fibre de carbone/matrice TFC des PRFC exposés aux vieillissements accéléré et naturel. Enfin, nous avons comparé les résultats des vieillissements accéléré et naturel.

La deuxième partie de ce chapitre présente les résultats physico-chimiques et mécaniques du composite à base de fibres de lin et de la résine partiellement bio-sourcée (PRFL) avec la même démarche que pour les PRFC.

Dans un dernier paragraphe, les durabilités des deux matériaux composites à travers leurs propriétés physico-chimiques et mécaniques et les résultats d'EA sont comparées.

3.1. RESULTATS POUR LE COMPOSITE EPOXY/CARBONE

3.1.1. Cinétique de sorption d'eau

La cinétique de sorption d'eau est un facteur important pour évaluer un vieillissement physique et pour comprendre la dégradation liée au vieillissement d'un matériau composite. Ce paragraphe est consacré successivement aux cinétiques de sorption d'eau du PRFC à court terme et celles du PRFC du projet ANR MICRO à long terme.

- ***Cinétique de sorption d'eau pour la résine TFC et le PRFC à court terme***

Dans le cadre de cette thèse, les mesures de la prise de masse de la résine TFC et des plaques PRFC, exposées aux conditions V4 (40°C,100%HR) et VL (condition ambiante), ont été réalisées aux 4 échéances de 5, 10, 16, 24 semaines. Elles ont été réalisées dans le premier objectif de compléter les résultats précédents de sorption d'eau des éprouvettes PRFC entre 3 mois (13 semaines) et 6 mois (26 semaines) du Projet ANR MICRO. Le deuxième objectif de ces mesures est de mieux comprendre les différentes contributions des fibres de carbone et de la résine époxyde TFC à l'absorption d'eau du composite PRFC. Pour le vieillissement VL, aucune modification significative de la prise en eau n'a été enregistrée. Il n'y a pas d'absorption d'eau de la matrice autour de la température ambiante de 20°C et d'une humidité ambiante de 50%.

La Figure 126 présente les courbes de la prise de masse en fonction de la racine du temps pour la résine TFC et les plaques PRFC exposées à la condition V4. Il semble que la forme des courbes est assez similaire à la courbe de V4 du Projet ANR MICRO et que l'écart entre la prise de masse de la résine TFC et celle des plaques PRFC n'est pas élevé. En comparaison de la prise de masse entre le PRFC et la résine TFC sur la Figure 126 , la prise de masse de 2 semaines de PRFC (4%) est plus grande que celle de la résine TFC (3%). De 10 semaines à 24 semaines, les masses d'eau absorbées entre les plaques PRFC et la résine TFC sont similaires.

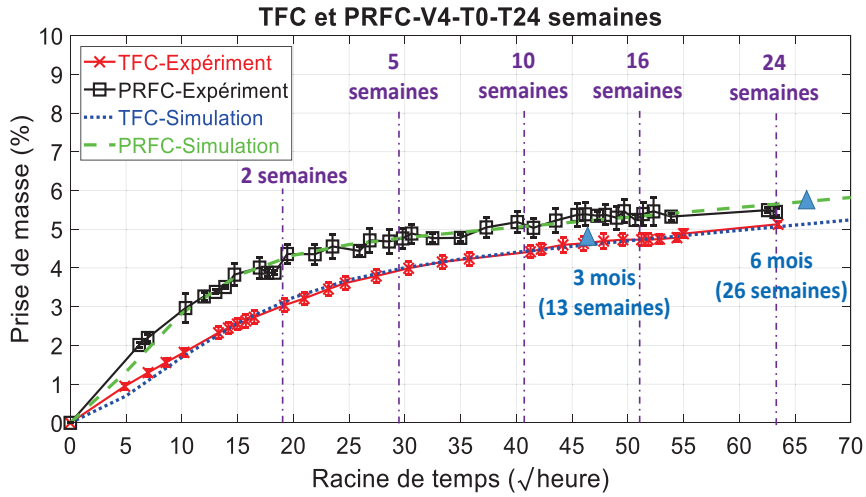


Figure 126 : Prise de masse de la résine TFC et des plaques PRFC en fonction de la racine du temps pour le vieillissement de V4

Le modèle d'absorption d'eau en deux étapes a été aussi appliqué sur les données expérimentales du PRFC et de la résine TFC. La régression de la prise de masse du PRFC et de la résine TFC est présentée sur la Figure 126 et le Tableau 30 donne les paramètres de diffusion de ce modèle. Les valeurs de la prise de masse à l'état de quasi-équilibre (W_∞) et du coefficient de diffusion corrigé (D_c) du PRFC sont plus élevées que celles de la résine TFC. Le paragraphe

1.1.2.2 a confirmé que les fibres de carbone n'ont ni une absorption d'eau ni une modification physico-chimique sous cette condition. En effet, la présence de bulles d'air formées lors de la fabrication manuelle du composite est corrélée à une plus grande prise de masse des plaques PRFC par rapport à la résine TFC. En comparaison avec les paramètres de diffusion de la condition de V4 dans le projet ANR MICRO, un écart de 8,5 % du coefficient de diffusion corrigé (D_c) a été obtenu entre deux séries de l'essai du vieillissement V4 et une reproductibilité de ce coefficient est enregistrée.

Tableau 30: Paramètres de diffusion de PRFC et de résine TFC pour le vieillissement de V4

Type d'échantillon	***W_∞ (%)***	***$k \times 10^{-5}$ ($1/\sqrt{(s)}$)***	***$D \times 10^{-6}$ (mm^2/s)***	***$D_c \times 10^{-6}$ (mm^2/s)***
Plaque PRFC	4,033	10,5	0,928	0,898
Eprouvette TFC	3,358	13,3	0,926	0, 589

- ***Cinétique de sorption d'eau du PRFC pour les 6 conditions du vieillissement à long terme***

Dans la thèse de Zombré (2019), le suivi de la masse absorbée a été réalisé sur les échantillons de PRFC de 25x25mm exposés à six conditions du vieillissement : V1(20ºC, 50%HR), V2 (20ºC, 100%HR), V3 (60ºC, 50%HR), V4 (40ºC, 100%HR), V5 (60ºC,75%HR) et V6 (60ºC, 100%HR). Le faible niveau d'humidité (50%HR) des V1 et V3 se traduit par une absorption d'eau non significative. La Figure 127 illustre les courbes de prise de masse en fonction de la racine du temps pour les quatre vieillissements à forte humidité. Les prises de masse de quatre vieillissements V2, V4, V5, V6 ont augmenté progressivement de 6 mois (abscisse de 66) à 24 mois (abscisse de 132) et les valeurs de la prise de masse à 24 mois sont affichées dans l'ordre suivant : V6, V4, V2 et V5. En effet une température plus élevée accélère la diffusion de l'eau au sein de PRFC et l'immersion d'éprouvettes dans l'eau se traduit par une grande masse d'eau absorbée (Richaud et Verdu, 2011) (Sang et al, 2018) (Hong et al, 2018).

La courbe d'absorption d'eau des plaques PRFC à court terme (Figure 126) a confirmé une augmentation progressive de la masse d'eau absorbée de 3 mois (abscisse de 46) à 6 mois (abscisse de 66) pour les petites éprouvettes PRFC exposées à la même condition dans le projet.

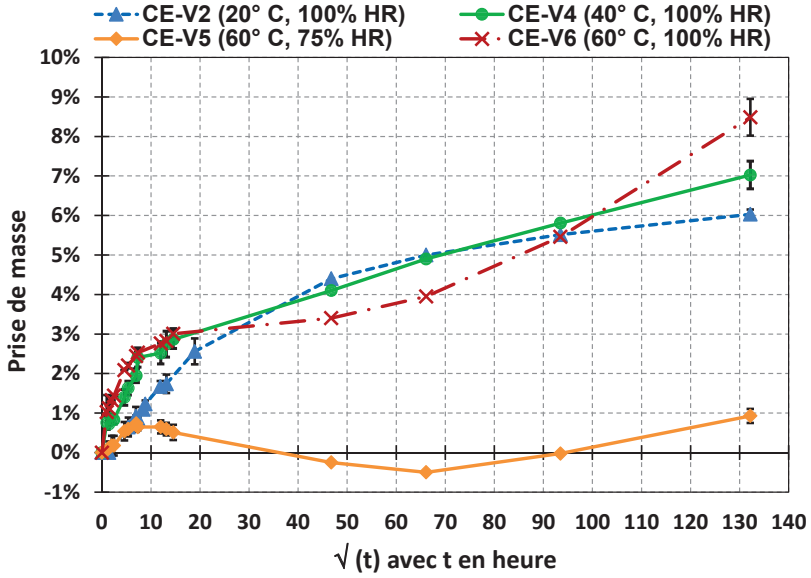


Figure 127 : Prise de masse de PRFC en fonction de la racine du temps pour 4 conditions du vieillissement

L'application du modèle en deux étapes (paragraphe 1.2.1.2) sur les données expérimentales donne les paramètres de ce modèle dans le Tableau 31 et une comparaison entre les données expérimentales et les courbes simulées pour quatre vieillissements V2, V4, V6 et V5 (Figure 129). Les valeurs du coefficient de diffusion corrigé (D_c) indiquent une augmentation de la cinétique de diffusion et de la quantité d'eau absorbée en fonction de la température de l'eau. De plus, la plus faible valeur de la constante k de la condition V2 présente une faible relaxation du réseau polymère dans la deuxième phase de la diffusion d'eau.

Tableau 31 – Paramètres du modèle de « diffusion en deux étapes » pour quatre vieillissements du PRFC

Conditions de vieillissement	***W_∞ (%)***	***$k \times 10^{-5}$ $(1/\sqrt{s})$***	***$D \times 10^{-6}$ (mm^2/s)***	***$D_c \times 10^{-6}$ (mm^2/s)***
V2 (20°C, 100%HR)	3,811	7,499	0,213	0,162
V4 (40°C, 100%HR)	2,702	19,97	1,082	0,821
V6 (60°C, 100%HR)	2,952	17,71	2,340	1,776
V5 (60°C, 75%HR)	0,647	11,15	0,309	0,235

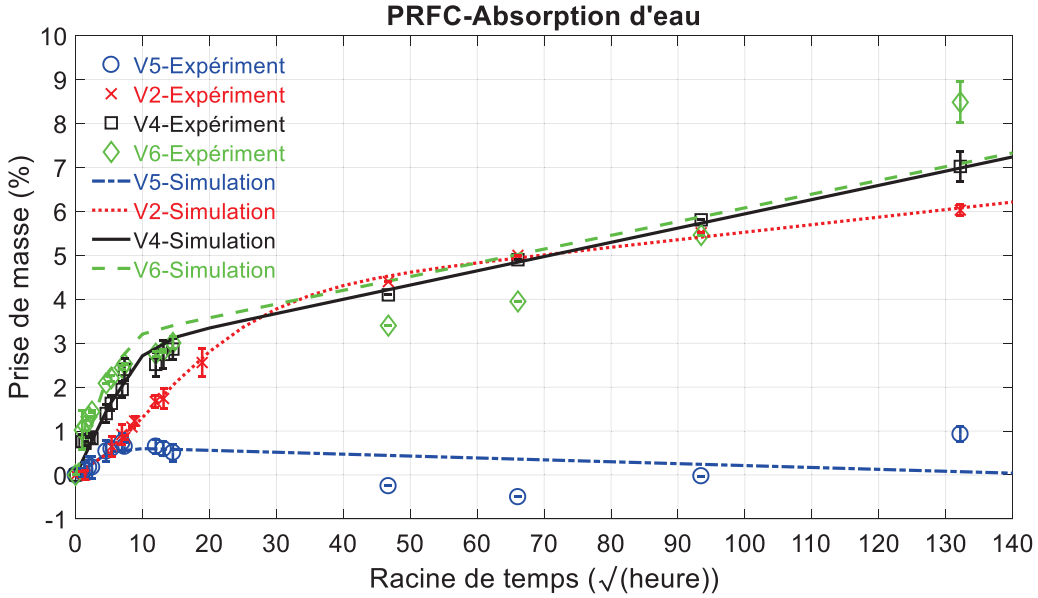


Figure 128 : Comparaison entre les simulations par le modèle « à deux étapes » et les données expérimentales de PRFC soumis aux conditions de vieillissement humides

Par ailleurs, la loi d'Arrhenius 1D présente une évolution du coefficient de diffusion de correction en fonction de la température d'une condition du vieillissement suivant l'équation (3.1):

$$D_c = D_o . e^{-\frac{E_a}{RT}} \tag{3.1}$$

$$\ln(D_c) = \ln(D_o) + \left(-\frac{E_a}{R}\right).\frac{1}{T} \tag{3.2}$$

Avec : D_o est le coefficient de diffusion pour un type du composite

E_a est l'énergie d'activation

T est la température en Kelvin (T_{eau} + 273°K)

R est constante de Boltzmann (8,6171 x 10^{-5} eV/K)

D_o et E_a sont déduits des équations (3.1) et (3.2). L'application de la loi d'Arrhénius donne la valeur du coefficient D_o qui est égal à 97,78 mm^2/s, ainsi que l'énergie d'activation 50,79 kJ/mol.

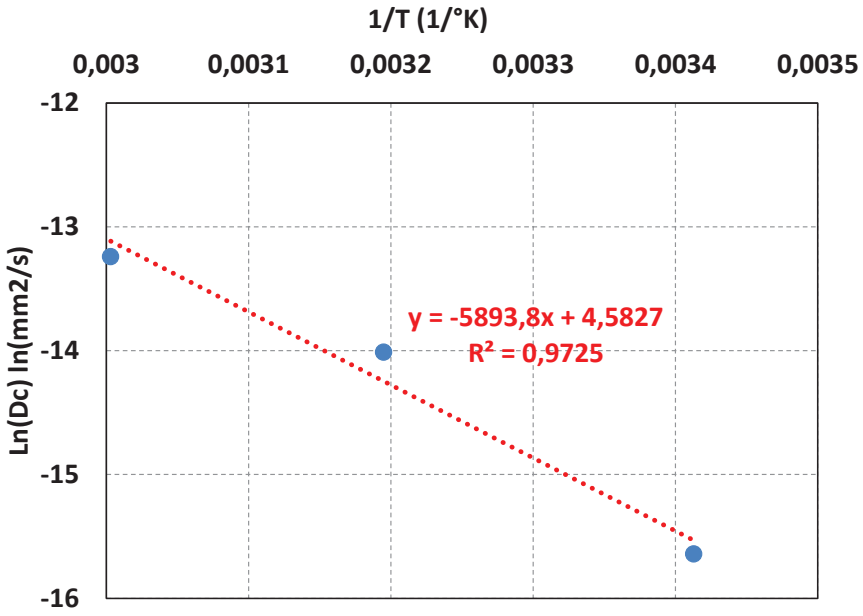


Figure 129: Application de la relation de type Arrhenius pour les coefficients de diffusion des composites PRFC immergés dans l'eau à différentes températures

3.1.2. Température de transition vitreuse

Une première conséquence de la sorption d'eau pour les matériaux composites est la baisse de la température de transition vitreuse (T_g). Appliquant la méthode du paragraphe 2.3.2.2, on détermine successivement la T_g de la résine TFC après vieillissements V4 et VL à court terme et la T_g du composite PRFC après les divers vieillissements à long terme.

La Figure 130 montre les variations de la T_g de la résine TFC en comparaison de la T_g du composite PRFC exposé au vieillissement V4 de 13 semaines (3 mois) et 26 semaines (6 mois) dans le projet ANR MICRO. Après vieillissement VL, la T_g est environ égale à celle de T0 (aucun vieillissement) puisque la température et l'humidité de la condition ambiante ne provoquent pas une dégradation significative (aucune modification de la prise de masse). Pour les éprouvettes exposées au vieillissement V4, une réduction significative de la T_g est observée par rapport à la T_g des échantillons pour T0 et le vieillissement VL. Les valeurs de la T_g des éprouvettes de résine TFC mises au vieillissement V4 sont assez similaires à celles des échantillons de PRFC dans le projet ANR MICRO. Verdu (2000) et Mortaigne (2005) ont confirmé que la plastification d'une résine époxyde par diffusion d'eau provoque une réduction de la T_g.

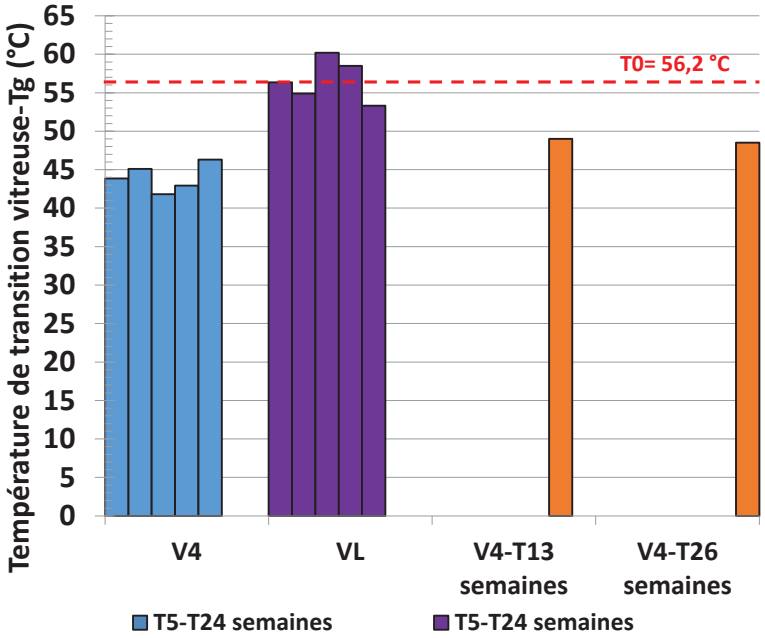


Figure 130 : Evolution de la T_g des échantillons de résine TFC exposés aux vieillissements V4 et VL à court terme

La Figure 131 présente les évolutions de la T_g du composite PRFC exposé aux six conditions de vieillissement. Pour l'échéance de 24 mois, cinq vieillissements hygrothermiques de V2 à V6 induisent une forte réduction de la T_g tandis que la condition V1 (20ºC, 50%HR) conduit à une stabilisation de la T_g par rapport à T0. En effet, la baisse de la T_g pour les milieux à faible humidité relative (V3 et V5) est expliquée par une forte dégradation thermique (Lobanov et Zubova, 2019) (Marouani et al, 2008). En outre, la plastification de la matrice mentionnée ci-dessus provoque une forte diminution de la T_g pour les conditions « immersion » (V2, V4, V6). En vieillissement naturel (VN), une réduction légère de la T_g du composite PRFC a été obtenue par rapport à T0 et la combinaison des facteurs du VN (le cycle absorption/ désorption d'eau, l'oxydation de la matrice par le rayonnement UV et la fatigue thermique) peut produire une dégradation du composite PRFC (paragraphe 1.2.1.3).

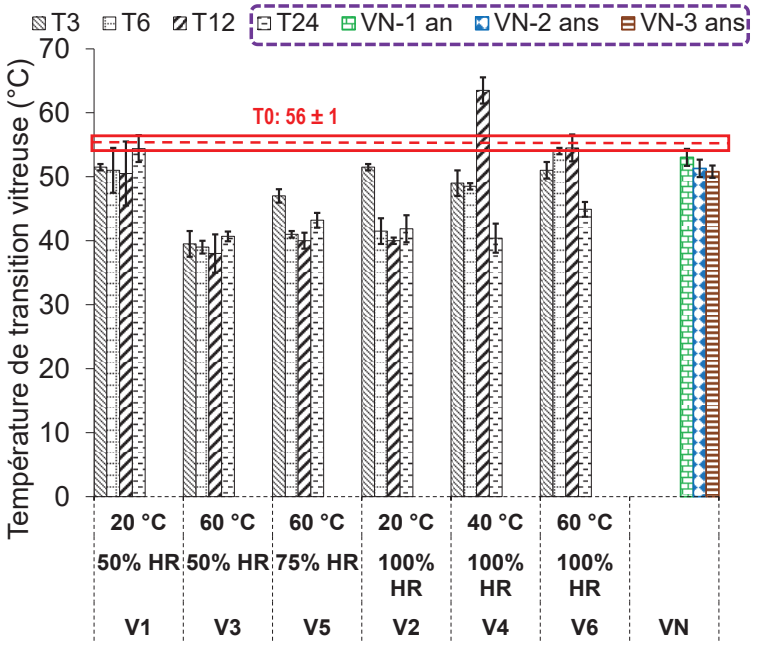
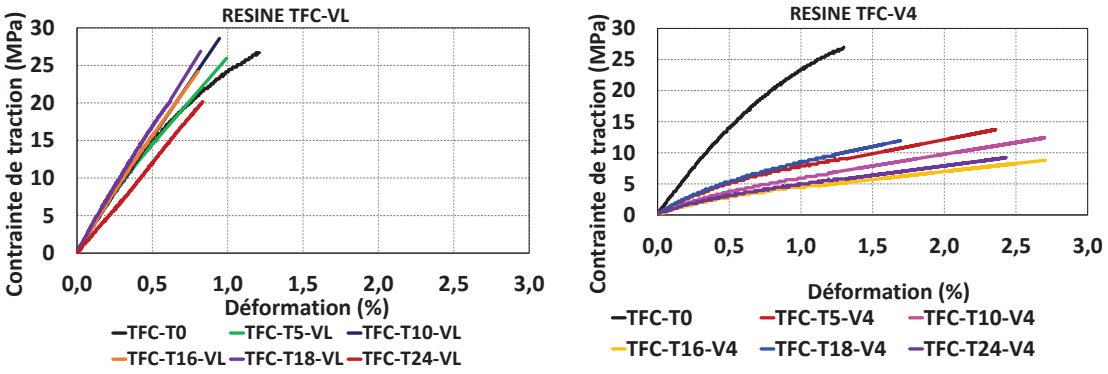


Figure 131 : Evolution de la T_g des échantillons du composite PRFC exposés aux diverses conditions du vieillissement.

3.1.3. Résultats d'essai de traction simple de la résine

Une dégradation de la résine soumise à un vieillissement a des conséquences sur les performances du composite ou de l'interface composite/béton par l'affaiblissement du transfert de l'effort à la matrice.

La Figure 132 présente les courbes contrainte/déformation de la résine TFC soumise aux vieillissements VL et V4. Le comportement à T0 est non linéaire tandis que celui de VL montre un comportement quasi-linéaire. Les éprouvettes de V4 montrent toutes un comportement non linéaire de 5 semaines à 24 semaines. En effet, l'introduction de l'eau dans les liaisons chimiques de la résine TFC provoque la plastification de la matrice et l'affaiblissement des liaisons chimiques (paragraphe 1.2.2.3). Les différences du comportement entre VL et V4 ont confirmé que le niveau de l'humidité a un rôle décisif lors du vieillissement des résines époxydes.



(a) *(b)*

Figure 132 : Courbes contrainte/ déformation de la résine TFC pour les vieillissements de VL et V4

Pour le vieillissement VL, une stabilisation de la résistance en traction et du module élastique par rapport à T0 est obtenue sauf une diminution de 30% de la déformation ultime après 24 semaines (Figure 133). Il semble que le vieillissement physique nommé relaxation structurale introduit une fragilisation plus ou moins importante pour la résine TFC (Marouani et al, 2011).

Pour le vieillissement V4, la Figure 133 illustre que la résistance en traction et le module élastique sont diminués respectivement de 60% et 65% après 24 semaines. Au-delà de 16 semaines, ils augmentent et reviennent à des valeurs proches de celles à 5 semaines. Cette tendance résulte de la post-réticulation à faible vitesse sous la température de 40ºC (Marouani et al, 2012). Pour la déformation ultime, la résine TFC montre une évolution inverse par rapport à la résistance de traction et du module élastique. La plastification expliquée ci-dessus de la résine TFC introduit une augmentation de 75% de la déformation ultime après 24 semaines de vieillissement.

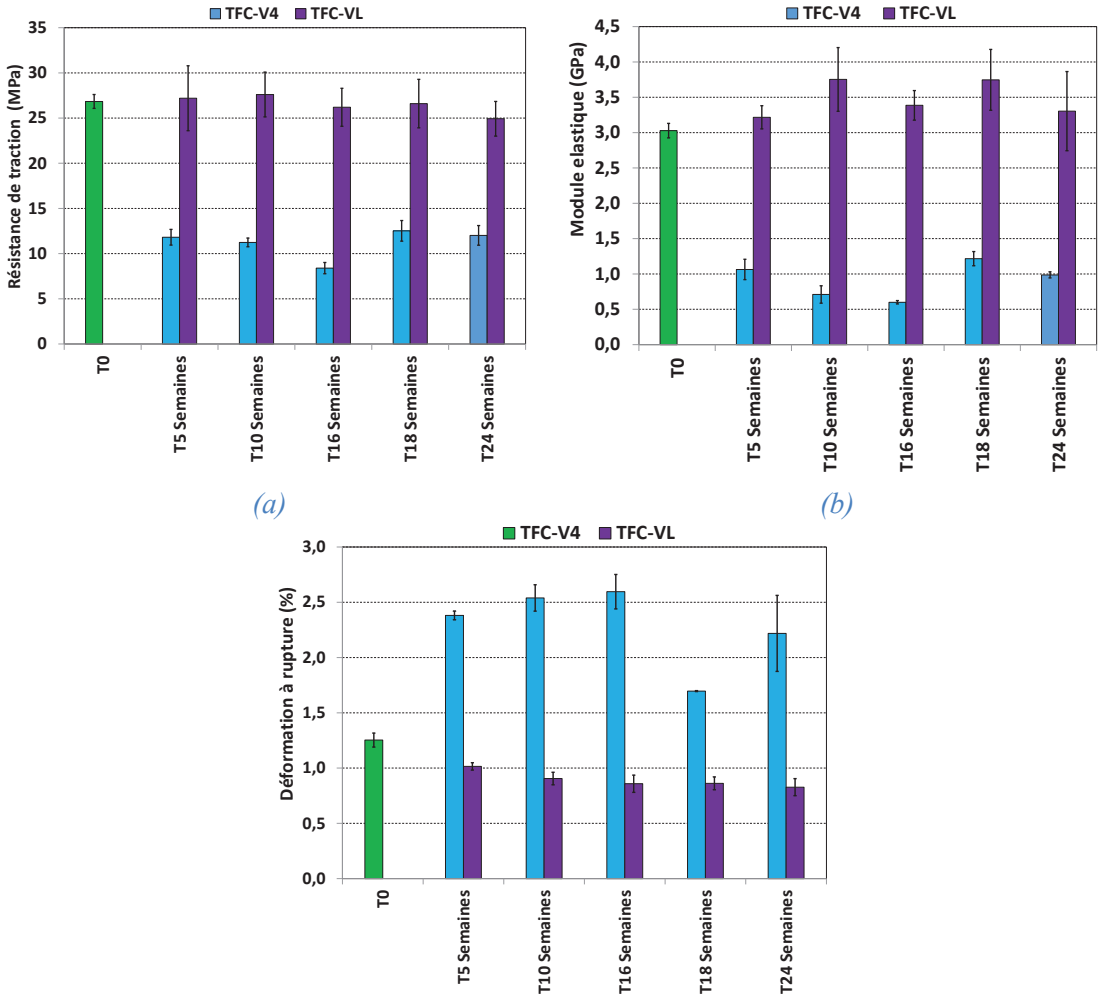


Figure 133 : Evolution des performances mécaniques de la résine TFC pour les vieillissements de VL et V4

Après évaluation des propriétés mécaniques de la résine TFC, le paragraphe suivant étudie les évolutions de ces performances du composite PRFC exposé aux diverses conditions de vieillissement à court terme et long terme.

3.1.4. Résultats d'essai de traction simple du composite

3.1.4.1. Analyse des résultats du projet ANR MICRO

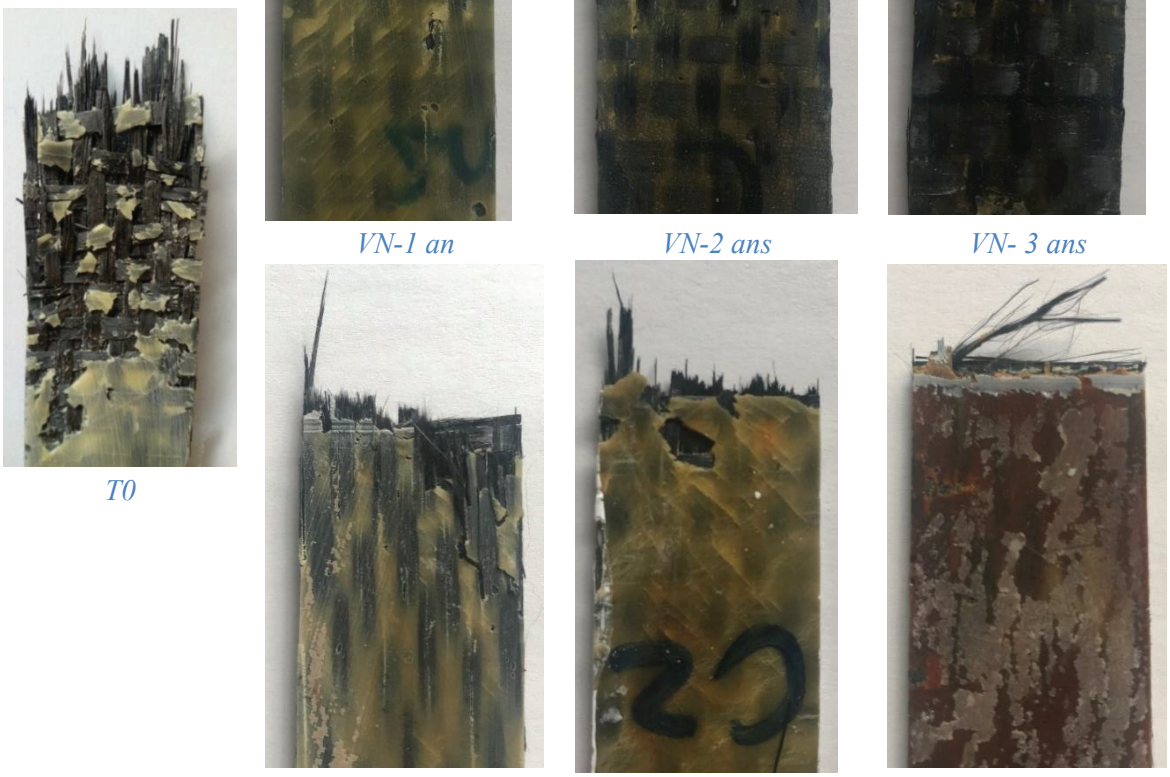
- ***Observation des changements de modes de rupture***

En observant l'apparence extérieure de chaque éprouvette pour chaque condition de vieillissement, la couleur blanche de T0 et de V2 (20°C, 100%HR) change pour du jaune orangé de plus en plus ambré à mesure que la température est élevée (Figure 134). La coloration jaunâtre à orangée résulte de la thermo-oxydation au sein des composites (Ernault, 2016).

Pour les éprouvettes T0, leur mode de rupture explosive sur une grande longueur comprend la fissuration matricielle, le délaminage de deux plis, le déchaussement de fibres à partir de la matrice et la rupture de fibres. En revanche, les échantillons exposés aux six conditions de VA présentent une rupture transversale sans délaminage des deux plis, sur une faible longueur de rupture. Une amélioration de l'adhésion fibre/ matrice s'est produite par deux modes : une polymérisation lente de la matrice à basse température pour les conditions V1 et V2, une polymérisation rapide sous température de 40°C et de 60°C pour les conditions V3-V6

(Marouani et al, 2011). Ces deux processus chimiques expliquent la modification de la rupture explosive (T0) à la rupture transversale des éprouvettes vieillies.

En vieillissement naturel (VN) de un an à trois ans, la polymérisation de la résine TFC (Marouani et al, 2012) a pu continuer durant la saison estivale (Sen, 2015) (en juin 2017) ce qui a induit une amélioration de l'adhésion fibre/matrice. En conséquence, une rupture transversale sans délaminage, sur une faible longueur, est aussi observée, comme pour les VA.



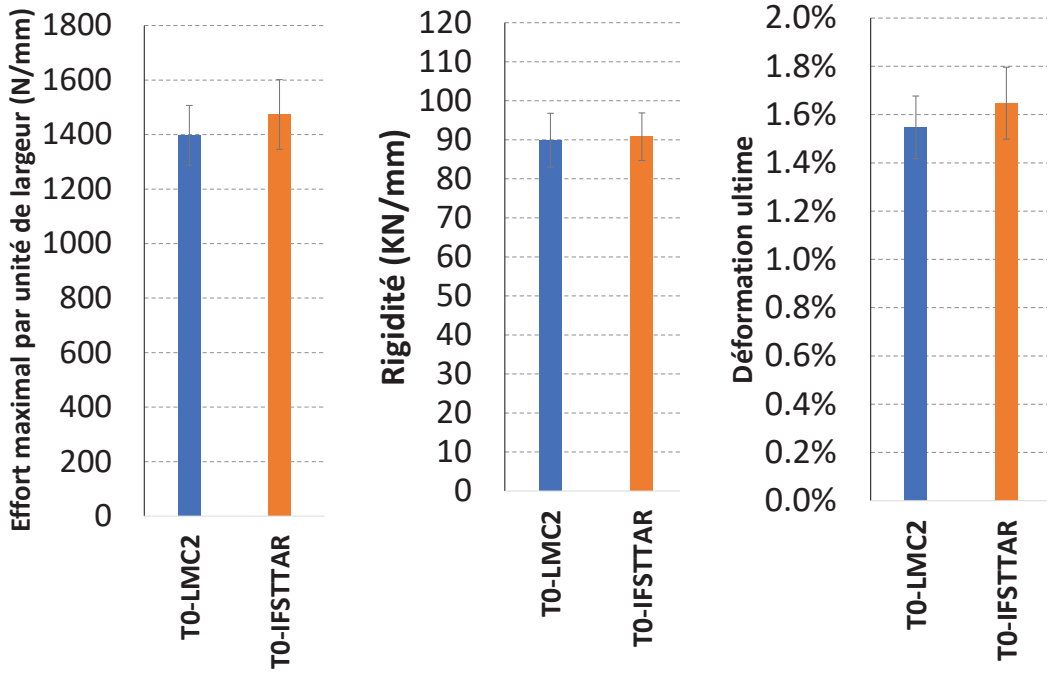
T0 *VN-1 an* *VN-2 ans* *VN- 3 ans*

V4-T24 mois *V5-T24 mois* *V6-T24 mois*

Figure 134: Modes de rupture de PRFC exposés aux six conditions du vieillissement

- ***Analyse des propriétés mécaniques***

La Figure 135 présente la comparaison des propriétés mécaniques obtenues à l'IFSTTAR et au LMC^2 pour les éprouvettes de PRFC non vieillies. Ces résultats montrent que les valeurs obtenues par les deux laboratoires sont assez proches et la reproductibilité est de 0,95 pour la résistance, 0,99 pour le module et 0,94 pour la déformation ultime. Par conséquent, la variabilité entre les deux laboratoires peut être considérée faible. Le PRFC non vieilli a un effort maximal par unité de largeur moyen de 1400 N/mm, une rigidité moyenne de 90 kN/mm et une déformation ultime moyenne de 1,6 %.



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

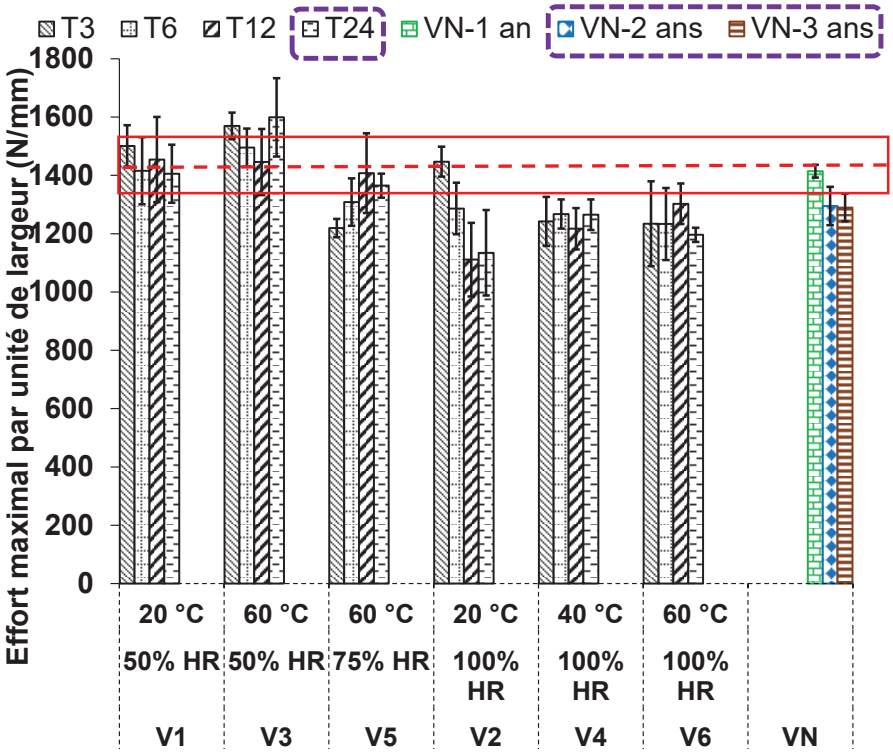
Figure 135 : Résultats des essais de traction réalisés dans les deux laboratoires (IFSTTAR et LMC2) sur le PRFC non vieilli : (a) capacité de traction (b) rigidité (c) déformation ultime

Les analyses des résultats obtenus de T0 à T12 et le vieillissement naturel d'un an ont été réalisées dans la thèse de Zombré (2019). Dans le cadre de cette thèse, nous avons complété ces résultats par VA à T24 mois et par VN à 2 ans et 3 ans. Tout d'abord, le vieillissement accéléré de V1 à V6 pour l'échéance de 24 mois (T24) conduit à quelques évolutions remarquables (Figure 136):

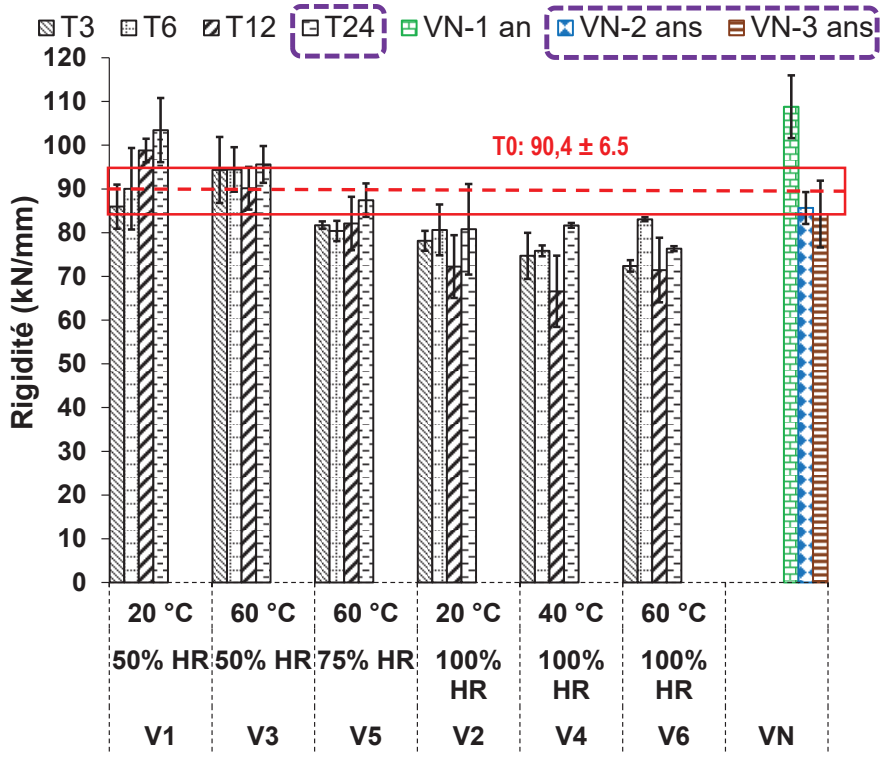
- Pour V1 (20ºC, 50%HR), le PRFC montre une stabilisation de l'effort maximal par unité de largeur, une augmentation de 17% pour sa rigidité et une diminution de 7% pour sa déformation ultime. La polymérisation lente expliquée précédemment conduit à ces évolutions.
- Après vieillissement V3 (60ºC, 50%HR), une stabilisation des propriétés mécaniques du PRFC a été obtenue. Cette condition provoque deux phénomènes parallèles : une amélioration de l'adhésion fibre/matrice grâce à la post-réticulation de la matrice, une certaine dégradation thermique de la matrice (Alessi et al, 2014) (Shaoquan et al, 2017). Ces phénomènes entrainent cette stabilisation même si une réduction de la Tg est notée sur la Figure 136.
- La condition V5 (60ºC, 75%HR) induit une diminution légère des performances mécaniques du PRFC après 24 mois de vieillissement. L'humidité 75%HR provoque une légère plastification au premier temps de vieillissement (paragraphe 1.2.2.3 et une faible sorption d'eau sur Figure 136. Cette plastification est prédominante de T0 à 3 mois et s'associe à une réduction de l'effort maximal et de la rigidité. Dès 6 mois, la post-réticulation de la résine TFC sous température de 60ºC prend le dessous sur la plastification, améliore la matrice et l'adhésion fibre/matrice. Les performances mécaniques à 24 mois augmentent légèrement.

En résumé, avec des conditions à faible humidité, une stabilisation des propriétés mécaniques du PRFC est globalement obtenue. L'humidité modérée 75%HR de la condition V5 conduit à une diminution légère de ces performances.

(a)


T3
T6
T12
T24
VN-1 an
VN-2 ans
VN-3 ans
Effort maximal par unité de largeur (N/mm)
1800
1600
1400
1200
1000
800
600
400
200
0
20 °C
50% HR
V1
60 °C
50% HR
V3
60 °C
75% HR
V5
20 °C
100% HR
V2
40 °C
100% HR
V4
60 °C
100% HR
V6
VN

(b)


T3
T6
T12
T24
VN-1 an
VN-2 ans
VN-3 ans
Rigidité (kN/mm)
120
110
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
T0: 90,4 ± 6.5
20 °C
50% HR
V1
60 °C
50% HR
V3
60 °C
75% HR
V5
20 °C
100% HR
V2
40 °C
100% HR
V4
60 °C
100% HR
V6
VN

(c)

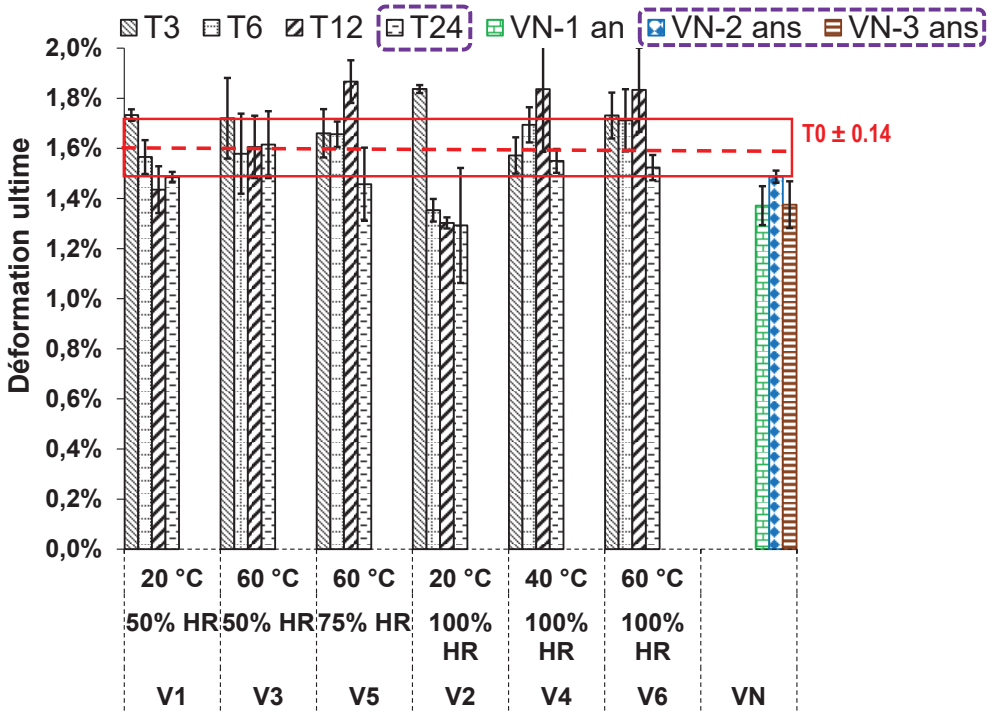


Figure 136 : Résultats des essais de traction réalisés dans les deux laboratoires (IFSTTAR et LMC2) sur les PRFCs vieillis : (a) effort maximal par unité de largeur (b) rigidité (c) déformation ultime

- Au vieillissement V2 (20°C, 100%HR), des diminutions de 20%, 10% et 20% successivement se produisent pour l'effort maximal par unité de largeur, la rigidité et la déformation ultime. La diffusion de l'eau à 20°C provoque la plastification de la résine (réduction de 25% de Tg-Figure 131) et la dégradation de l'interface fibre/matrice (Zhong et al, 2019) (Sang et al, 2018). Ces phénomènes dégradent le composite PRFC et entrainent la réduction de ses propriétés mécaniques.
- Après V4 (40°C, 100%HR), les performances mécaniques du PRFC ont réduit de 12% l'effort maximal par unité de largeur, de 9% la rigidité et de 7% la déformation ultime après 24 mois de vieillissement. Certes la plastification de la résine (réduction à 30% de T_g-Figure 131) et la dégradation de l'interface fibre/matrice se produisent mais la température de 40°C provoque une post-réticulation lente de la matrice (Sang et al, 2018) (Cromwell et al, 2011) (Benzarti et al, 2011). Par conséquent, une diminution légère, moins de 10% de la rigidité et de la déformation ultime, est notée à 24 mois.
- Concernant les éprouvettes exposées à V6 (60°C, 100%HR), le PRFC a perdu 15% de l'effort maximal par unité de largeur, 17% de la rigidité et 9% de la déformation ultime après 24 mois. Outre la dégradation de l'interface fibre/matrice, la plastification et la post-réticulation de la matrice sous cette condition, la dégradation thermique mentionnée pour V3 à température de 60°C peut contribuer à plus de dégradation du PRFC par rapport à la condition V4.

Il semble que les conditions immergées V2, V4 et V6 produisent globalement un même degré de dégradation du composite PRFC. La condition V2 montre une baisse relativement plus importante des propriétés mécaniques du PRFC que celles de V4 et V6. Pour cette condition, la polymérisation lente à température de 20°C ne peut pas récupérer la plastification de la résine TFC et la dégradation de l'interface fibre/matrice.

Pour le vieillissement naturel (VN), l'effort maximal par unité de largeur et la rigidité diminuent d'un an à trois ans. La déformation ultime présente une évolution fluctuante mais ses valeurs sont de 15% plus faibles que T0. La polymérisation de la matrice conduit à une phase de consolidation légère de T0 à 1 an. Une réduction légère de la T_g est visible sur la Figure 131 sur les 3 premières années de VN et les températures et précipitations de l'année 2017 sont plus faibles qu'en 2018 et 2019 (Tableau 28). La polymérisation de la résine TFC à première année de VN devient plus prédominante que des causes de dégradation. Le cycle absorption/ désorption d'eau, la fatigue thermique et l'oxydation de la matrice par le rayonnement UV après 2 ans et après 3 ans sont prédominants sur la polymérisation de la matrice de VN-1 an (Sen, 2015). Ceux-ci dégradent progressivement le composite PRFC sous la condition de VN.

- ***Comparaison de VN et VA***

Nous avons comparé les résultats des essais du vieillissement accéléré à 24 mois et ceux de VN de 2 ans et 3ans. Le facteur d'accélération (FA) est calculé à partir du rapport entre les performances mécaniques de VN et de VA. Une valeur du FA proche de 1 indique que la condition du vieillissement accéléré est conforme à celle du vieillissement naturel. En résumé de la recherche de Zombré (2019), le VN de 12 mois est conforme au vieillissement de V1 (20ºC, 50%HR) qui présente le processus physique de la relaxation structurale de la matrice dans la condition nominale (basse humidité relative et température). Parmi les performances mécaniques du PRFC, les déformations ultimes mesurées sont jugées moins fiables que l'effort maximal par unité de largeur et la rigidité. La sélection des FA optimaux +/- 10% est basée sur les valeurs de FA de l'effort maximal et de la rigidité.

Le Tableau 32 montre que les résultats obtenus au VN de 2 ans sont plus proches des résultats des vieillissements VA:V1 à 6 mois, V3 à 12 mois, V5 à 3 mois, V2 à 6 mois, V4 à 24 mois et V6 à 6 mois. Sauf une similarité entre les résultats des vieillissements VN à 2 ans et V4 à 24 mois, les autres conditions ont permis de réduire le temps de vieillissement pour obtenir une même dégradation du VN à 2ans. La condition V5 a diminué le plus efficacement le temps du VN de 2 ans à 3 mois. La combinaison des facteurs du VN mentionnée précédemment provoque plus de dégradation du composite PRFC par rapport à l'humidité 75%HR de la condition V5. Par ailleurs, la post-réticulation sous la température de 60ºC induit un plus grand durcissement de la résine TFC que la polymérisation de cette résine abordée précédemment sous le VN.

Les résultats obtenus au VN de 3 ans sont plus compatibles avec les résultats des vieillissements VA: V1 à 6 mois, V5 à 3 mois, V2 à 6 mois, V4 à 24 mois et V6 à 6 mois (Tableau 33). La condition V5 a été la plus efficace pour réduire le temps de vieillissement VN de 3 ans à 3 mois.

Tableau 32 – Facteur d'accélération du VN à 2 ans

Propriété mécanique	Condition du vieillissement	T3 mois	T6 mois	T12 mois	T24 mois
Effort maximal par unité de largeur	V1 (20ºC, 50%HR)	0,86	**0,91**	0,89	**0,92**
	V3 (60ºC, 50%HR)	0,82	0,87	**0,90**	0,81
	V5 (60ºC, 75%HR)	**1,06**	**0,99**	**0,92**	**0,95**
	V2 (20ºC,100%HR)	0,89	**1,01**	1,17	1,14
	V4(40ºC, 100%HR)	**1,04**	**1,02**	**1,06**	**1,02**
	V6 (60ºC,100%HR)	**1,05**	**1,05**	**0,99**	**1,08**
Rigidité	V1 (20ºC, 50%HR)	**1,00**	**0,95**	0,87	0,83
	V3 (60ºC, 50%HR)	**0,91**	**0,91**	**0,95**	**0,90**
	V5 (60ºC, 75%HR)	**1,05**	**1,07**	**1,04**	**0,98**
	V2 (20ºC,100%HR)	**1,10**	**1,06**	1,19	**1,06**
	V4(40ºC, 100%HR)	1,15	1,13	1,29	**1,05**
	V6 (60ºC,100%HR)	1,18	**1,03**	1,20	1,12
Déformation ultime	V1 (20ºC, 50%HR)	*0,86*	***0,95***	***1,04***	***1,00***
	V3 (60ºC, 50%HR)	*0,86*	***0,94***	***0,93***	***0,92***
	V5 (60ºC, 75%HR)	***0,90***	***0,90***	*0,80*	***1,02***
	V2 (20ºC,100%HR)	*0,81*	***1,10***	*1,14*	***1,15***
	V4(40ºC, 100%HR)	***0,95***	*0,88*	*0,81*	***0,96***
	V6 (60ºC,100%HR)	*0,86*	***0,87***	*0,81*	***0,98***

Tableau 33 – Facteur d'accélération du VN à 3 ans

Propriété mécanique	Condition du vieillissement	T3 mois	T6 mois	T12 mois	T24 mois
Effort maximal par unité de largeur	V1 (20ºC, 50%HR)	0,86	**0,91**	0,89	**0,92**
	V3 (60ºC, 50%HR)	0,82	0,86	0,89	0,81
	V5 (60ºC, 75%HR)	**1,06**	**0,99**	**0,92**	**0,94**
	V2 (20ºC,100%HR)	0,89	**1,00**	1,16	1,14
	V4(40ºC, 100%HR)	**1,04**	**1,02**	**1,06**	**1,02**
	V6 (60ºC,100%HR)	**1,04**	**1,05**	**0,99**	**1,08**
Rigidité	V1 (20ºC, 50%HR)	**0,98**	**0,94**	0,85	0,81
	V3 (60ºC, 50%HR)	0,89	0,89	**0,93**	0,88
	V5 (60ºC, 75%HR)	**1,03**	**1,05**	**1,03**	**0,96**
	V2 (20ºC,100%HR)	**1,08**	**1,04**	1,17	**1,04**
	V4(40ºC, 100%HR)	1,13	1,11	1,27	**1,03**
	V6 (60ºC,100%HR)	1,16	**1,01**	1,18	**1,10**
Déformation ultime	V1 (20ºC, 50%HR)	*0,79*	***0,88***	***0,96***	***0,93***
	V3 (60ºC, 50%HR)	*0,80*	*0,87*	*0,86*	*0,85*
	V5 (60ºC, 75%HR)	***0,83***	*0,83*	*0,74*	***0,94***
	V2 (20ºC,100%HR)	*0,75*	***1,02***	***1,06***	***1,06***
	V4(40ºC, 100%HR)	*0,88*	*0,81*	*0,75*	***0,89***
	V6 (60ºC,100%HR)	*0,79*	***0,80***	*0,75*	***0,90***

3.1.4.2. Analyse des résultats du vieillissement à court terme

- ***Observation des changements de modes de rupture***

La Figure 137 présente les évolutions des modes de rupture de PRFC de T0 à 24 semaines pour le vieillissement de VL et V4. L'éprouvette de T0 a une rupture explosive sur une grande longueur comme le T0 du projet ANR MICRO et un faible délaminage des deux plis est observé pour l'échéance de 5 semaines de V4 et VL. Au-delà de 10 semaines, les échantillons exposés à V4 et VL montrent une rupture transversale sans délaminage sur une faible longueur. Cette évolution du mode de rupture est expliquée par l'amélioration de la cohésion fibre/matrice au cours de la réticulation lente de la résine TFC.

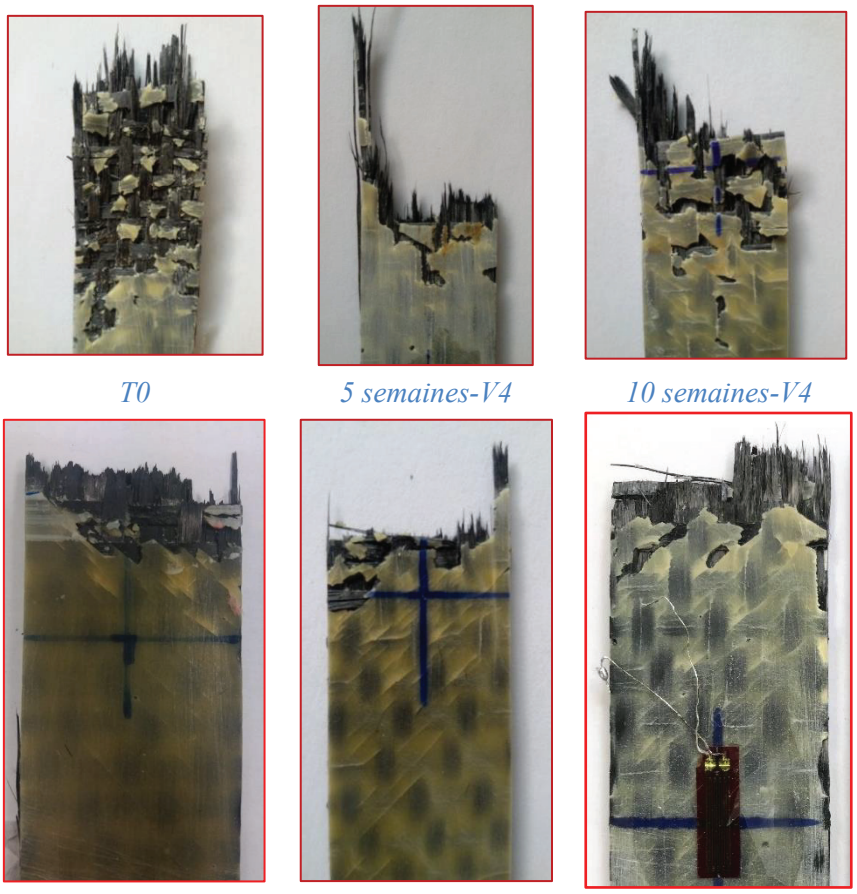
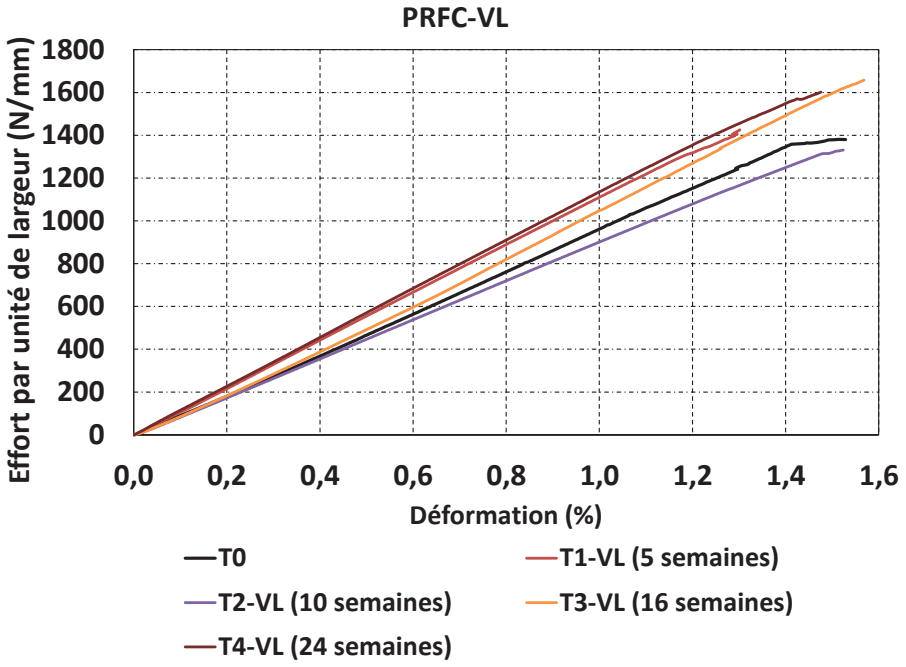


Figure 137: Evolution des modes de rupture de PRFC pour le vieillissement de V4 et VL

- ***Observation des changements du comportement de PRFC***

La Figure 138 montre que les comportements de PRFC après VL et V4 sont quasi-linéaires jusqu'à rupture. La plupart des courbes de VL sont situées au-dessus de la courbe T0 et cette évolution résulte de l'amélioration des performances mécaniques du PRFC soumis au vieillissement VL (Figure 138a). La Figure 138b illustre la diminution significative de la pente des courbes pour le V4 par rapport à T0. En effet, le vieillissement hygrothermique de V4 dégrade les performances mécaniques de PRFC.

(a)



(b)

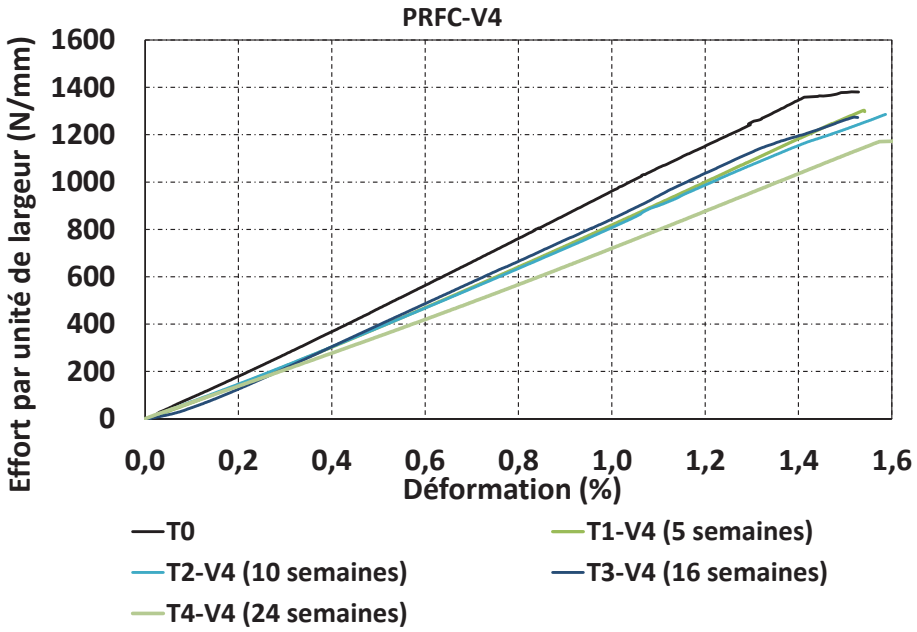


Figure 138: Evolution des comportements de PRFC pour le vieillissement de V4 et VL

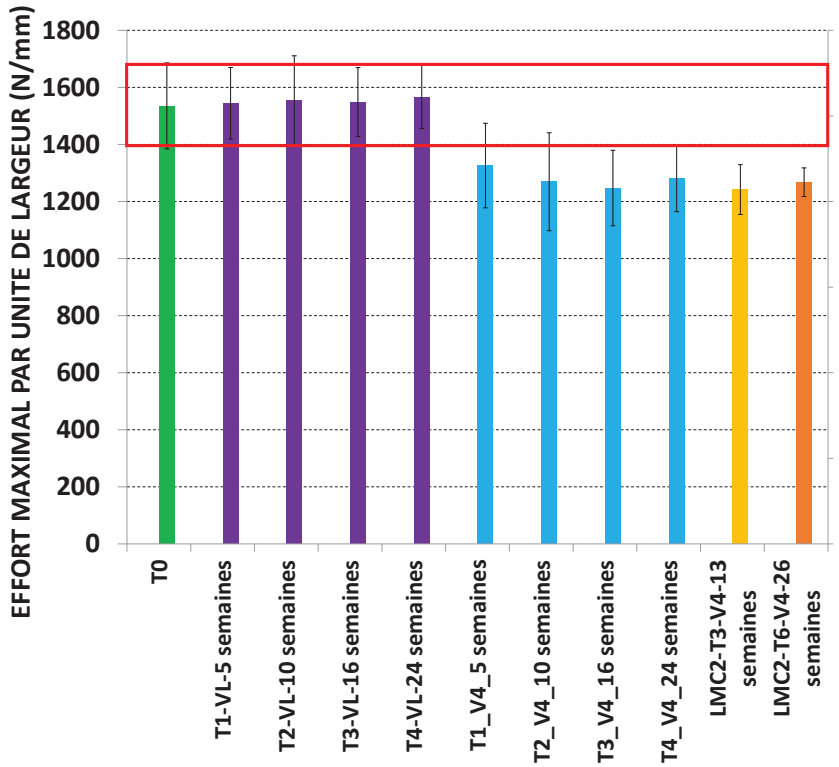
- ***Analyse des propriétés mécaniques entre VL et V4***

Le vieillissement VL ne change pas l'effort par unité de largeur et la déformation ultime de T0 à 24 semaines mais une amélioration de la rigidité est observée après 24 semaines en lien avec la relaxation structurale de la résine TFC (paragraphe 1.2.2.2) (Figure 139b).

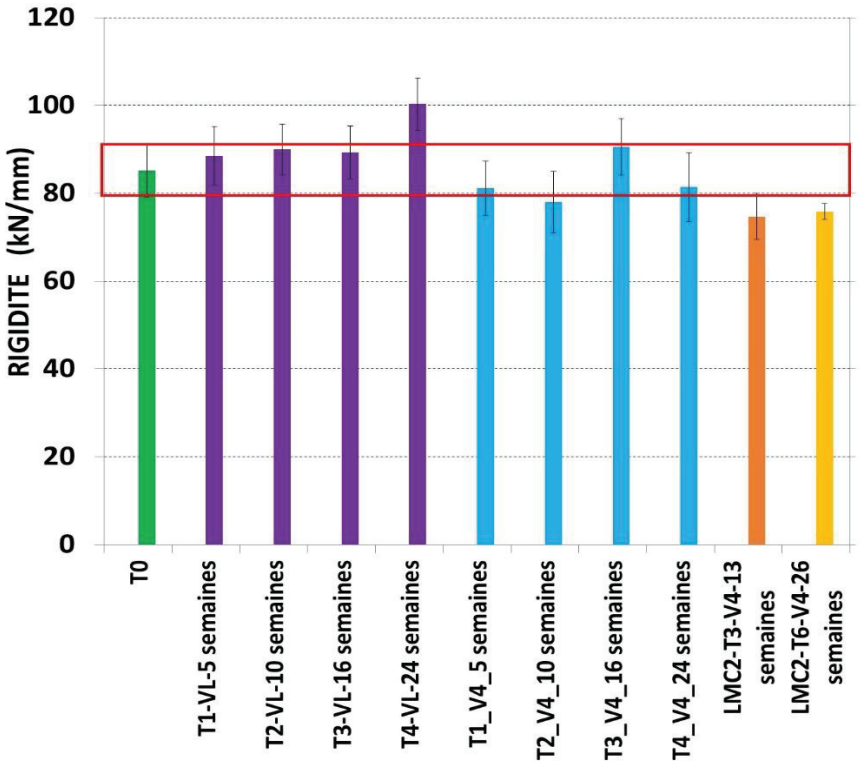
Pour le vieillissement V4, l'effort par unité de largeur du PRFC diminue progressivement de 5 à 24 semaines (Figure 139a). De plus, ces évolutions pendant les périodes de 10, 16 et 24 semaines sont conformes aux résultats de T3 mois (13 semaines) et T6 mois (26 semaines). Par conséquent, la diminution progressive de T0 à T6 mois (26 semaines) est observée et le vieillissement de l'interface fibre/matrice est exprimé par le glissement des faisceaux de fibres de carbone sur une surface de la matrice (Figure 137). La rigidité et la déformation ultime de PRFC exposé au V4 ne montrent aucune diminution de 5 à 24 semaines. Sang et al (2018) et Hong et al (2018) ont proposé que la combinaison du processus de post-

réticulation lente et de la dégradation de PRFC dans l'eau à température modérée contribue à une évolution fluctuante des performances mécaniques.

(a)



(b)



(c)

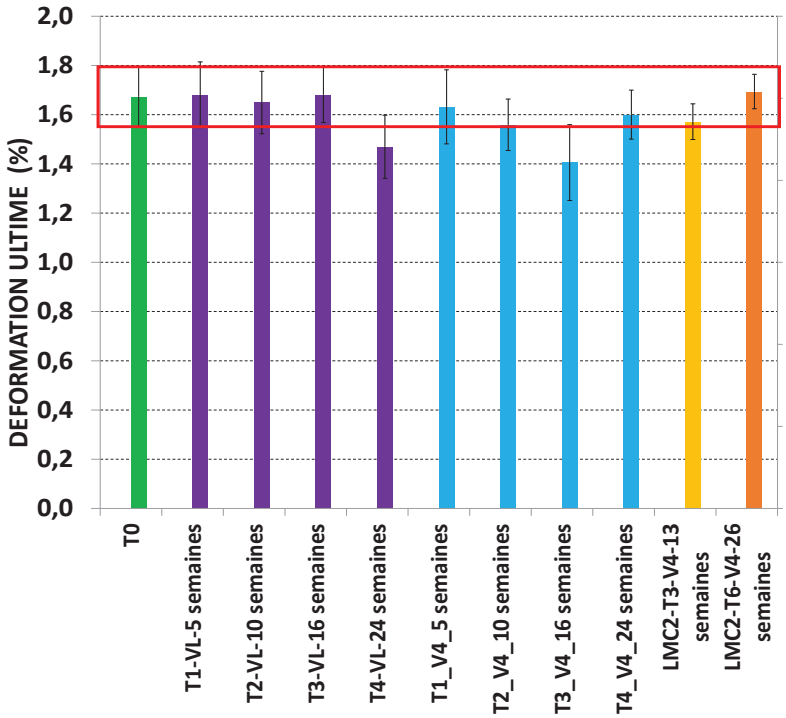


Figure 139: Evolution des propeiétés mécaniques de PRFC pour le vieillissement de V4 et VL : (a) effort sur unité de largeur (b) rigidité (c) déformation ultime

En résumé du paragraphe de l'analyse des résultats d'essai de traction, le PRFC conserve un comportement linéaire après vieillissement. Les résultats à court terme ont expliqué les évolutions des performances mécaniques de T0 à 3 mois et 6 mois du vieillissement V4 pour projet ANR MICRO. Les conditions d'immersion induisent plus de dégradation du PRFC en comparaison des autres conditions à faible humidité. Il faut souligner que la condition V2 (20ºC, 100% HR) est la condition la plus sévérisée pour dégrader le composite PRFC. Le vieillissement VN introduit une dégradation progressive du PRFC de 1 an à 3 ans. La condition V5 (60ºC, 75% HR) montre une plus grande efficacité à réduire le temps de VN 2-3 ans à 3 mois de vieillissement.

3.1.4.3. Résultats de tomographie

Ce paragraphe présente les résultats de tomographie du composite PRFC soumis aux divers vieillissements à l'échéance 24 puis ceux après les vieillissements à court terme. Des analyses qualitative et quantitative sont effectuées sur les images de l'essai de tomographie.

- ***Analyses des résultats de divers vieillissements à long terme***

Toutes les éprouvettes de l'échéance 24 mois ont été coupées directement sur les plaques PRFC et passées au tomographe. La Figure 140 présente l'évolution qualitative des porosités du composite PRFC exposé aux 6 vieillissements accélérés et au vieillissement naturel. Pour V1 (20ºC, 50%HR), l'observation qualitative donne une porosité globale assez similaire à T0 tandis que les vieillissements sous les deux conditions V3 (60ºC, 50%HR) et V5 (60ºC, 75%HR) induisent une augmentation de la porosité globale. Les conditions d'immersion du composite PRFC dans l'eau tendent à augmenter la porosité en fonction de la température d'eau. Le vieillissement naturel (VN) réduit légèrement l'épaisseur d'une plaque par érosion de sa surface.

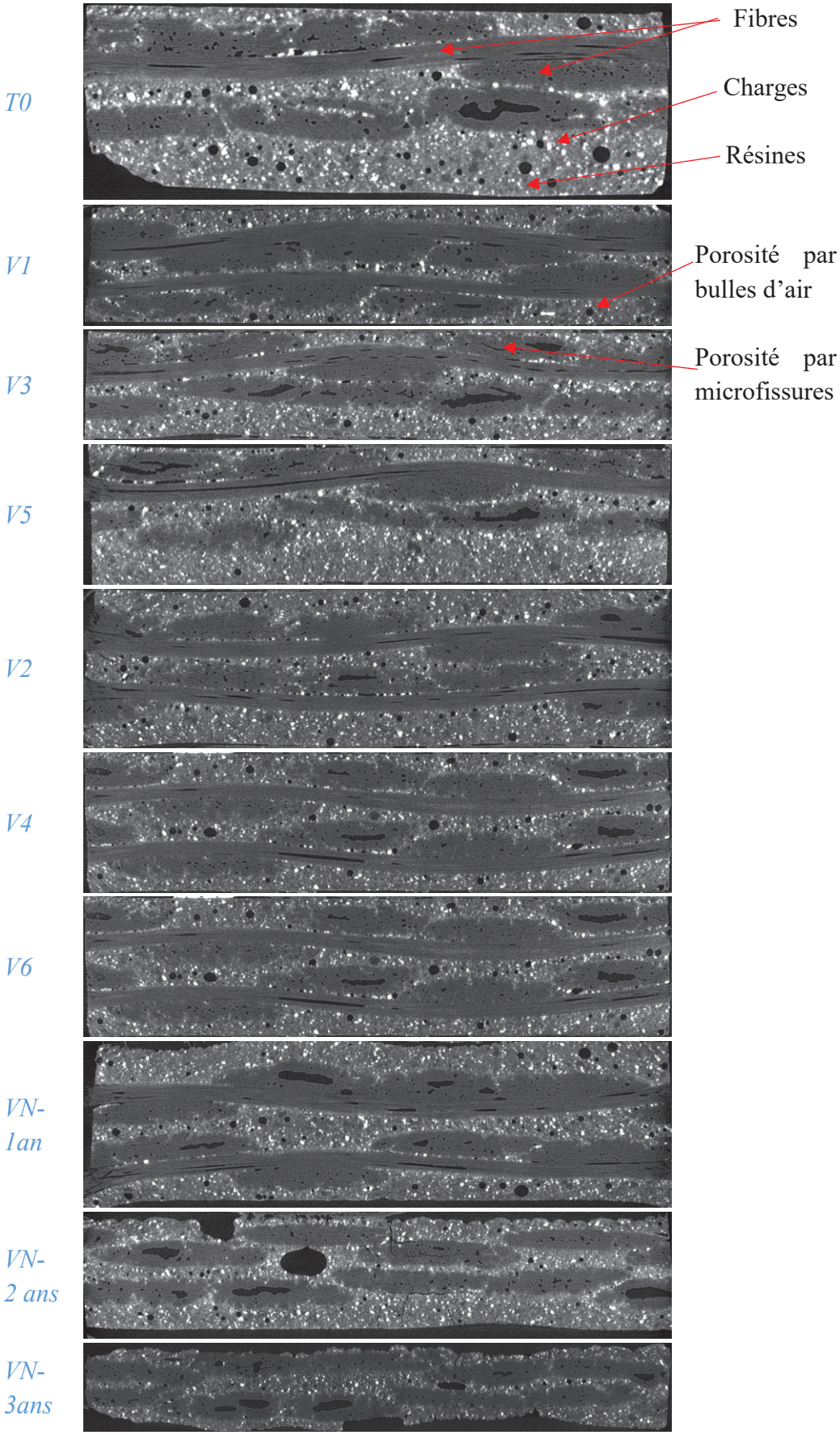


Figure 140: Clichés tomographiques du composite PRFC. Echelle : 1 pixel = 5µm

L'analyse quantitative présentée au paragraphe 2.3.2.3 permet de distinguer deux types de porosité : les microfissures de forme allongée et les pores (de géométrie plutôt circulaire)

(Figure 140). La Figure 141 représente l'évolution des taux volumiques des deux types de porosité du composite PRFC pour l'échéance 24 mois :

- Pour V1 (20ºC, 50%HR), une faible diminution des taux volumiques par rapport à T0 est expliquée par la polymérisation lente de la résine TFC sous faibles température et humidité (paragraphe 1.2.2.2).

- La température à 60ºC de la condition V3 (60ºC, 50%HR) provoque les démixtions et modifications de la résine TFC, conduisant à une augmentation des microfissures (Lobanov et Zubova, 2019) (Viretto et Galy, 2018).

- Pour V5 (60ºC, 75%HR), outre une modification de la résine TFC sous la température de 60ºC, l'introduction de l'eau au sein du PRFC par l'humidité modérée conduit à une diminution des porosités circulaires.

- Pour les conditions d'immersion V2, V4, V6, plus la température d'eau est élevée, plus le taux volumique des porosités (pores et fissures) augmente. La différence de gonflement entre les fibres de carbone et la résine TFC par la diffusion d'eau induit une augmentation des microfissures (paragraphe 1.2.1.2).

En résumé, pour les VA, le vieillissement de PRFC sous une température élevée ou en immersion dans l'eau à température élevée entraine une augmentation des porosités du composite PRFC.

Le VN de 1 an à 3 ans provoque une forte augmentation des microfissures et une tendance à réduire les porosités circulaires. L'énergie des UV du soleil est comparable à l'énergie de dissociation des liaisons covalentes d'un polymère. L'absorption de ces UV conduit non seulement une photo-oxydation mais aussi des scissions de chaines moléculaires d'une matrice. Cette scission provoque une perte de matière en présentant une érosion et une exposition des fibres de renfort sur la surface du matériau (Kumar et al, 2002) (Nishizaki et al, 2011) (Yan et al, 2015).

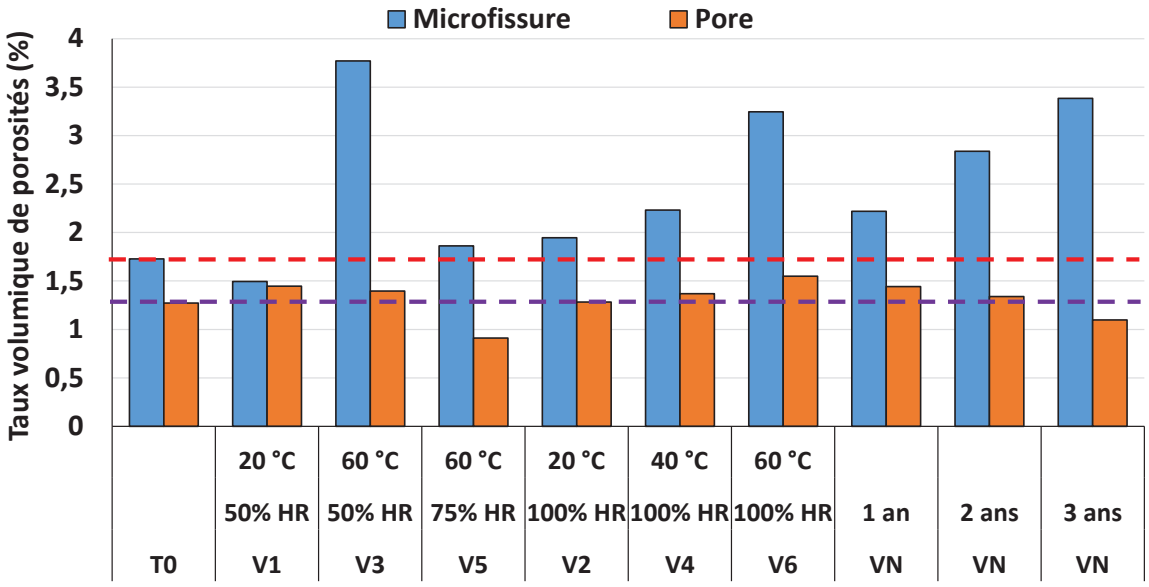


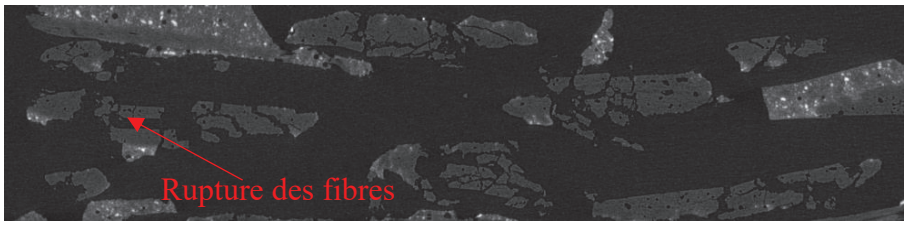
Figure 141: Evolution des taux volumiques de porosité déterminés par analyse d'images pour l'échéance de 24 mois du vieillissement

- ***Analyses des résultats des vieillissements V4 et VL à court terme***

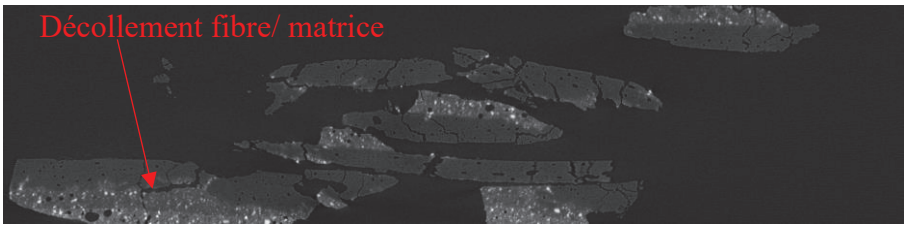
Les petites éprouvettes de dimensions de 10x50mm de l'essai de tomographie ont été coupées sur les échantillons rompus après un test de traction du paragraphe 3.1.4.2. Des coupes tomographiques ont été effectuées sur une longueur de 50 mm à partir de la surface de rupture

jusqu'à la fin. L'observation microscopique caractérise non seulement les porosités dues au vieillissement mais aussi des microfissures dues à la sollicitation en traction simple.

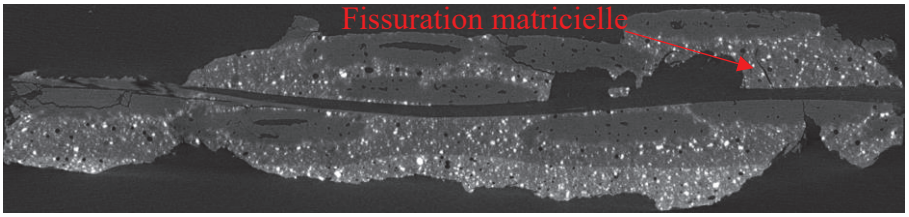
T0



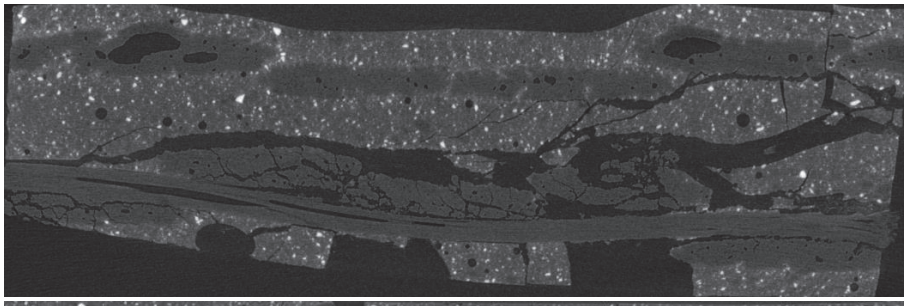
VL-T5 semaines



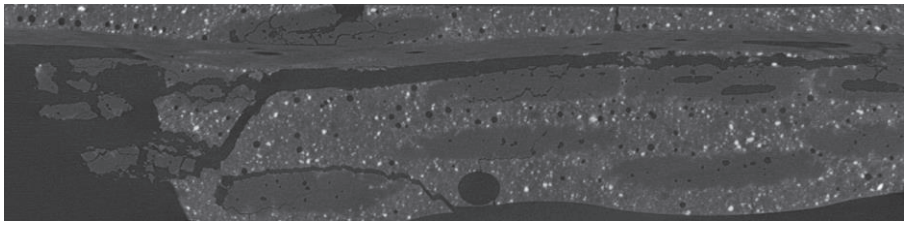
VL-T10 semaines



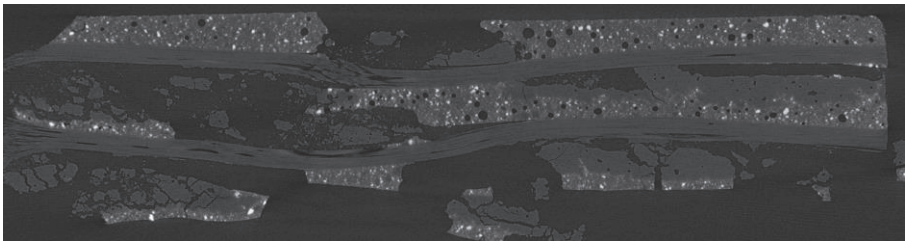
VL-T16 semaines



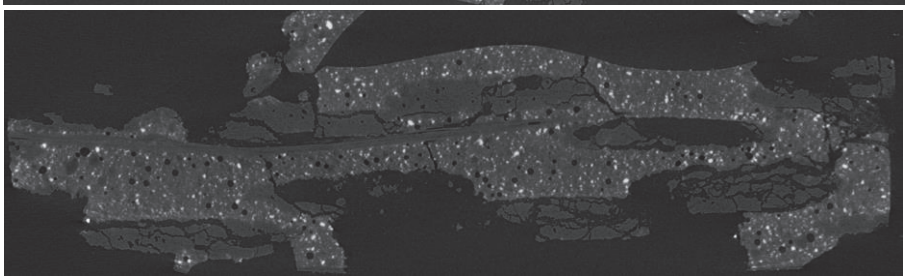
VL-T24 semaines



V4-T5 semaines



V4-T10 semaines



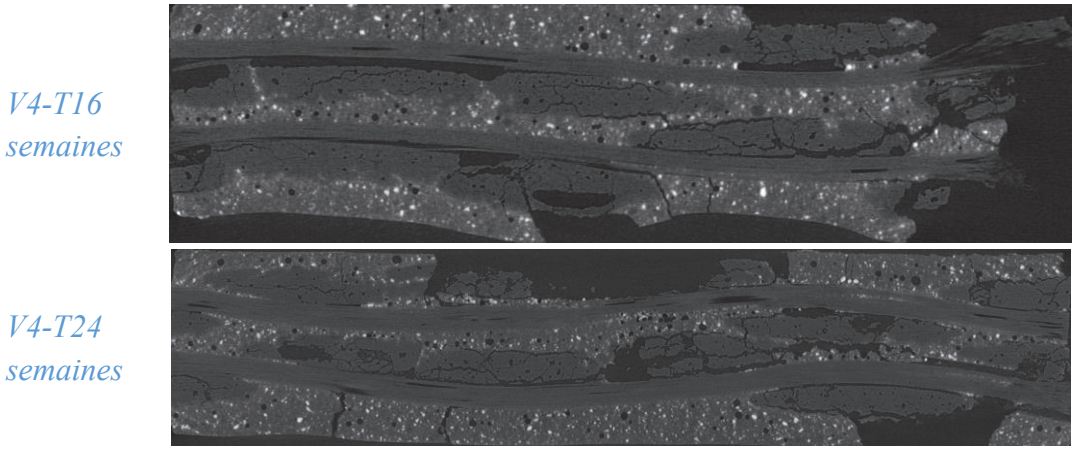


Figure 142: Clichés tomographiques du composite PRFC pour les éprouvettes rompues. Echelle : 1 pixel = 5µm

Les analyses qualitatives sur les figures des éprouvettes rompues (Figure 142) permettent d'observer la modification entre le mode de rupture à T0 et celui après vieillissements V4 et VL.

Pour le mode de rupture explosif de l'éprouvette T0, les microfissures sont apparues sur les mèches de fibres de carbone et une rupture de fibres est notée.

Pour VL, l'évolution du mode de rupture mixte (rupture transversale avec peu de délaminage) à 5 semaines vers une rupture transversale sans délaminage à 24 semaines est associée à une plus grande fissuration matricielle.

L'immersion du composite PRFC dans l'eau à 40°C (V4) induit une rupture transversale sans délaminage avec un grand décollement fibre /matrice liée aux microfissures sur l'interface fibre/matrice

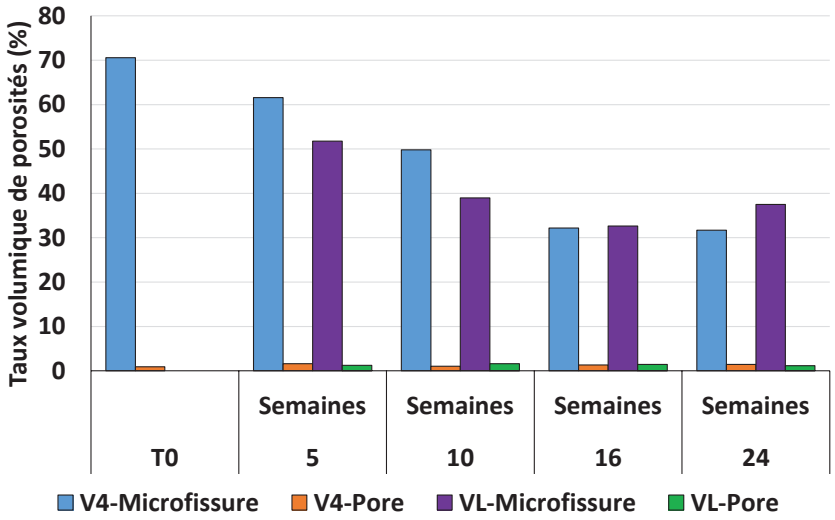


Figure 143: Evolution des taux volumiques de porosité déterminés par analyse d'images pour VL et V4

En observant les évolutions des taux volumiques de porosité des éprouvettes rompues, l'échantillon de T0 a un plus grand taux volumique de microfissures pour le mode de rupture explosive (Figure 143).

Concernant les éprouvettes du V4, une réduction des microfissures est obtenue et cette tendance peut provenir de la polymérisation de la matrice à température de 40°C. Une diminution du taux volumique des microfissures est observée pour le vieillissement VL de 5 semaines à 24 semaines. La polymérisation lente contribue à réduire les microfissures au sein

du composite PRFC. Le taux volumique des porosités circulaires ne montre aucune évolution significative.

3.1.5. Analyse des résultats d'émission acoustique

Au cours des essais de traction, nous avons instrumenté un certain nombre d'éprouvettes afin de récupérer des données d'EA. Nous avons exploité ces données par différentes approches : l'analyse des coudes pour les courbes du nombre d'événements cumulés, l'observation de l'évolution de la fonction de Sentry et la classification des différents modes d'endommagement (paragraphe 2.3.3.2.5).

3.1.5.1. Analyse des coudes des courbes d'événements cumulés

Le coude de la courbe d'événements cumulés traduit le passage d'un endommagement microscopique à un endommagement macroscopique. L'analyse de sa position en fonction du temps (Figure 144) permet d'observer les différentes influences des vieillissements V4 et VL sur l'apparition des macrodommages.

Pour toutes les échéances de vieillissement V4 et VL, nous avons appliqué la méthode exposée au paragraphe 2.3.3.2.5 à partir des courbes des événements cumulés. On trouve les différentes valeurs des « coudes » sur la figure 145.

Il apparaît que l'effort par unité de largeur auquel apparaît le coude est plus grand pour les composites vieillis (environ 800N/mm contre 600N/mm pour T0) etplus le temps de vieillissement est grand, plus la rupture survient rapidement après l'apparition du coude.

La Figure 145 présente les évolutions de l'effort par unité de largeur et de la déformation normalisés correspondant à la position des coudes. Généralement, les courbes du PRFC soumis au V4 sont supérieures à celles de VL. Les macro-dommages apparaissent donc à des charges supérieures pour V4 que pour VL (85% par rapport à 77,5%).

A T0, la qualité des adhésions fibre/matrice et entre deux plis des fibres de carbone n'a pas été bonne après 14 jours de cure du PRFC. Une rupture explosive avec un délaminage sur une grande longueur (Figure 137, Figure 142) et un taux volumique élevé des microfissures (Figure 143) ont été observées lors des essais de traction et peuvent expliquer l'apparition des macrodommages à des charges relativement faibles.

Sous VL, ces adhésions ont été améliorées grâce à la polymérisation lente (paragraphe 1.2.2.2) par rapport à T0. Par conséquent, une rupture transversale sans délaminage (Figure 137, Figure 142) avec un taux volumique plus faible des microfissures (Figure 143) sont associées à des macro-dommages plus tardifs en charge que pour T0.

En vieillissement V4, malgré une dégradation de l'interface fibre/matrice à cause de l'absorption d'eau, la résine TFC est polymérisée et plastifiée sous la température de 40°C (paragraphe 3.1.4.1). Les mêmes rupture transversale et réduction des microfissures comme pour VL ont été observées (Figure 137, Figure 142) mais la modification des deux dommages est plus retardée en raison de la rupture des mèches de fibre à la fin de l'essai de traction.

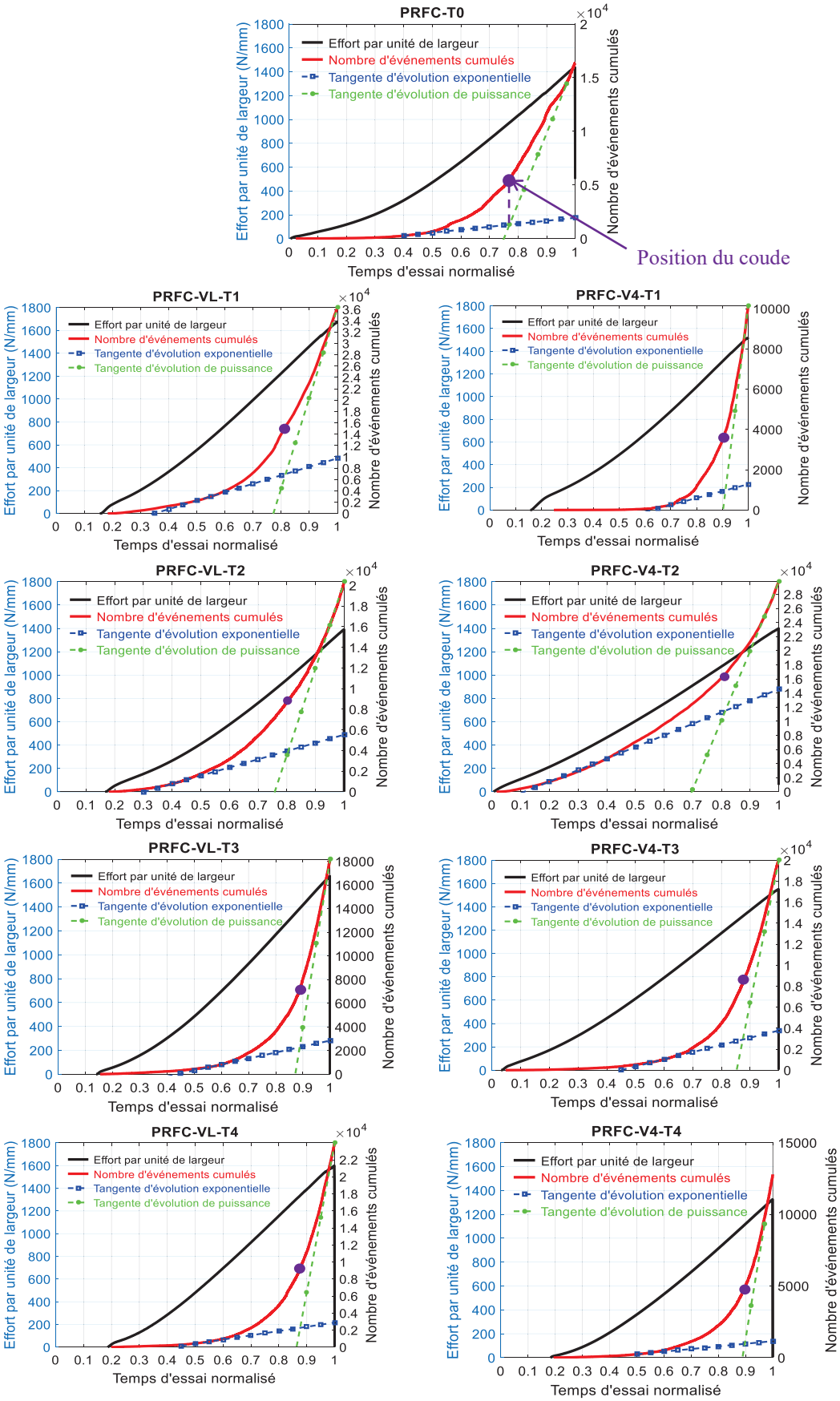


Figure 144: Détermination des coudes du composite PRFC exposé aux vieillissements V4 et VL : T1-5 semaines, T2-10 semaines, T3-16 semaines, T4- 24 semaines

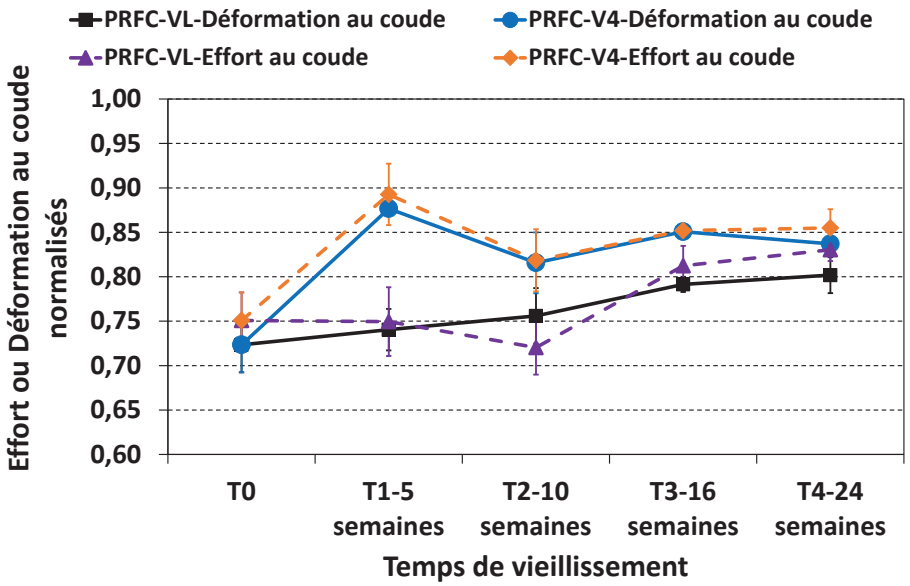


Figure 145: Evolution des caractéristiques des coudes en fonction du temps de vieillissement pour le composite PRFC.

3.1.5.2. Résultats de l'analyse par la fonction Sentry.

La fonction Sentry est calculée en se basant du paragraphe 2.3.3.2.5 et mise en corrélation avec l'évolution de l'effort par unité de largeur en fonction du temps d'essai normalisé.

La Figure 146 présente l'évolution de la fonction Sentry du composite PRFC soumis aux vieillissements VL et V4.

Concernant l'éprouvette de référence T0 (aucun vieillissement), deux chutes brutales sont observées, l'une au début de l'essai, la deuxième diminution à 36% du temps d'essai. La deuxième chute peut être liée au délaminage entre les deux plis des fibres de carbone lors de la rupture explosive à T0 (Figure 137). A partir de 50% du temps d'essai, la fonction diminue progressivement jusqu'à une valeur de 24,5 au moment de la rupture finale. Ces résultats de l'éprouvette T0 sont cohérents avec d'autres résultats publiés sur des composites PRFC non vieillis (Barile et al, 2020) (Tabrizi et al, 2019) (Zucchelli et Dal, 2005).

Après vieillissement V4 à 24 semaines, un premier saut de cette fonction est constaté au début du chargement (20% du temps d'essai) mais contrairement à T0, le matériau vieilli conserve sa capacité de stockage de l'énergie jusqu'à 50% du temps d'essai. Par ailleurs, la décroissance à partir de 60% du temps d'essai est plus élevée pour le vieillissement V4 que celle de T0 et cette différence indique une propagation d'endommagement plus marquée pour l'échantillon V4 par rapport à l'échantillon T0. A 95% du temps d'essai juste avant la rupture finale la fonction présente une nouvelle discontinuité et atteint la valeur de 29,7 plus grande que celle de T0 (24,5). La plastification de la matrice par l'absorption d'eau à 40°C confirmée par la diminution de T_g (Figure 130) permet une meilleure capacité de stockage de l'énergie du composite PRFC. Ces résultats sont expliqués par une amélioration de l'adhésion fibre/matrice et une diminution des microfissures.

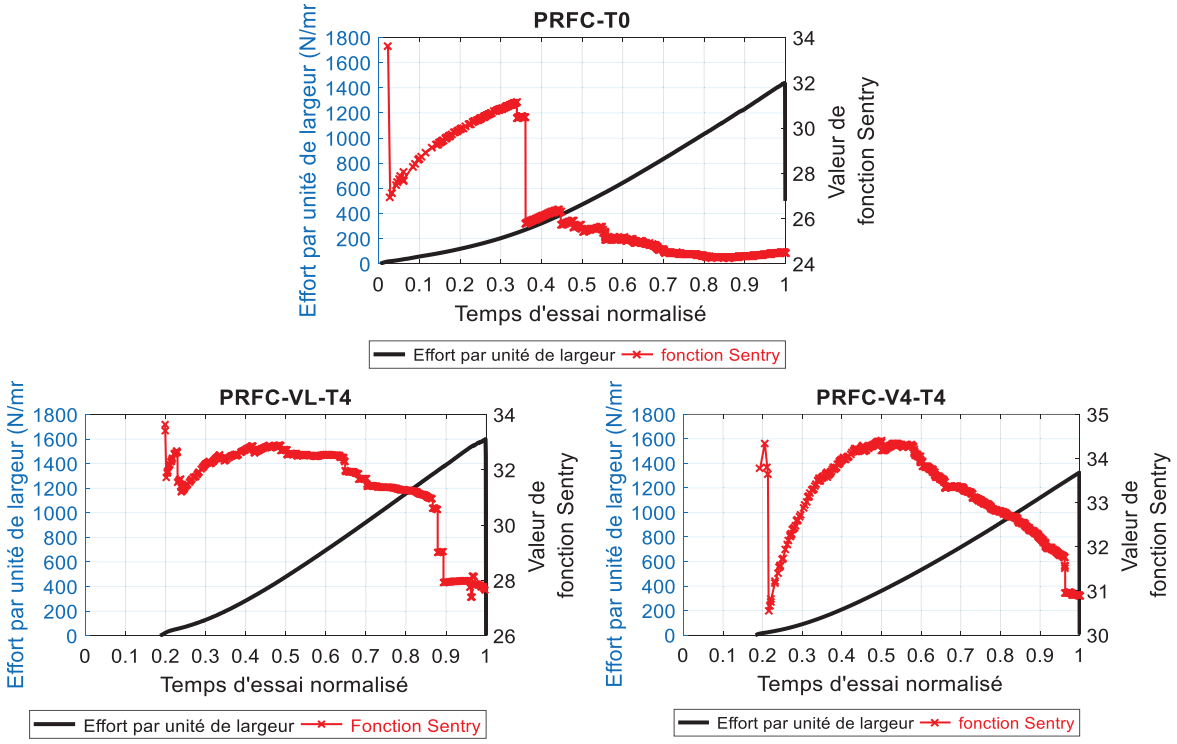


Figure 146: Evolution de la fonction Sentry du composite PRFC pour l'échantillon non vieilli et les éprouvettes exposées aux vieillissements VL et V4 à 24 semaines

3.1.5.3. Résultats de classification du composite PRFC

Ce paragraphe est consacré aux différentes évolutions de chacun des modes d'endommagement obtenus par le partitionnement des données acoustiques avec l'algorithme des K moyennes (paragraphe 2.3.3.2.5)

Les résultats pour le composite PRFC sont présentés sur la Figure 147 pour V4 et la Figure 148 pour VL : à gauche se trouve la classification pour une éprouvette de composite non vieilli (PRFC-T0) , à droite le composite vieilli pendant 24 semaines.

A T0, il est à noter que :

- Les signaux A en couleur bleue présentent les caractéristiques suivantes : une basse fréquence au pic (FP) variant de 20 à 250 kHz, une basse fréquence au pic pondérée (FPP) de 50 à 250 kHz et une puissance partielle 2 (PP2) entre 0 à 40%. En référence au Tableau 18 au paragraphe 1.3.2.1.3, les signaux à basse FP (Carvelli et al, 2017) (Azadi et al, 2018) (Saeedifar et al, 2018) et basse FPP (Sause et al, 2012) peuvent être associés à la fissuration matricielle.

- Les signaux B en couleur rouge montrent une FP modérée de 200 à 400 kHz, une FPP modérée de 200 à 400 kHz et une PP2 de 20 à 50%. La littérature relie usuellement ces caractéristiques au décollement fibre/matrice.

- Les signaux C en couleur noire ont un haut Barycentre fréquentiel (FC) de 400 à 800 kHz, une FP élevée de 200 à 1000 kHz, une haute FPP de 350 à 800 KHz. Les signaux à une FP élevée et une haute FPP peuvent être associés à la rupture des fibres de carbone en référence aux recherches des mêmes auteurs que précédemment.

- Il peut également être intéressant de noter que le couple (PP3, FPP) permet également une bonne discrimination des différentes classes et donc pourrait permettre une identification des modes d'endommgement: les fissurations matricielles (Signaux A) ont une basse FPP de 50 à 250 kHz et une PP3 de 50 à 70%, les décollements fibre/matrice (Signaux B) correspondent

à une FPP modérée de 200 à 400 kHz et une basse PP3 de 20 à 50%, une haute FPP de 350 à 800 KHz et une PP3 élevée de 60 à 100% sont associées à la rupture des fibres de carbone.

- Les courbes du logarithme népérien du nombre d'événements cumulés et de l'énergie absolue cumulée montrent une apparition plus tôt de la fissuration matricielle et du décollement fibre/matrice suivie par la rupture de fibres. En fin d'essai de tractionles énergies des deux premiers mécanismes sont plus grandes que celle de la rupture de fibres.

- Une faible qualité de l'adhésion fibre/matrice (paragraphe 3.1.5.1) peut provoquer plus tôt la fissuration matricielle et le décollement fibre/matrice au début du chargement. La plus grande énergie cumulée de la fissuration matricielle provient du mode explosif de T0 sur une grande longueur, donc les signaux A de cet endommagement ne peuvent pas être atténuées lors de leur propagation jusqu'aux capteurs (paragraphe 1.3.1.3). Le haut nombre d'événements cumulés du décollement fibre/matrice résulte non seulement du déchaussement fibre/matrice mais aussi du délaminage entre les deux plis des fibres de carbone (Figure 137, Figure 142)

En définitive, le Tableau 34 récapitule les différents caractéristiques de chaque endommagement pour l'éprouvette à T0. Pour les échantillons vieillis aux V4 et VL, la discrimination de chaque mode d'endommagement est réalisée en se basant aux analyses de T0 et les différentes évolutions de chaque mode d'endommagement entre T0 et V4 et VL à 24 semaines sont ensuite notés et expliquées.

Tableau 34 – Représentation des modes d'endommagement du PRFC après une classification des données acoustiques

<table>
<tr><td></td><td>Signaux A en couleur bleue</td><td>Signaux B en couleur rouge</td><td>Signaux C en couleur noire</td></tr>
<tr><td>Mode d'endommagement</td><td>Fissuration matricielle</td><td>Décollement fibre/matrice</td><td>Rupture de fibres de carbone</td></tr>
<tr><td>Corrélation FC/FP (kHz/kHz)</td><td>150-400/20- 250</td><td>200- 450/ 200-400</td><td>400-800/ 200-1000</td></tr>
<tr><td>Corrélation FPP/PP2 (kHz/ %)</td><td>50-250/0-40</td><td>200- 400/ 20- 50</td><td>350-800/ 0-50</td></tr>
<tr><td>Corrélation FPP/PP3 (kHz/ %)</td><td>50-250/50-70</td><td>200- 400/ 50- 65</td><td>350-800/ 60-100</td></tr>
<tr><td>Courbe du logarithme népérien de l'énergie absolue cumulée</td><td colspan="3" rowspan="2">Observation de l'évolution de chaque mode d'endommagement en fonction du temps d'essai normalisé</td></tr>
<tr><td>Courbe du logarithme népérien du nombre d'événements cumulés</td></tr>
</table>

Pour le vieillissement V4 à 24 semaines, les résultats du regroupement des signaux d'EA ont donné aussi trois classes d'endommagement mais quelques différences sont notées par rapport à celles de T0 :

- Les représentations 2D indiquent des chevauchements des signaux B (le décollement fibre/matrice à basse FP) et des signaux C (la rupture des fibres à basse FP) sur la distribution des signaux A (la fissuration matricielle). Les couples de descripteurs choisis sont moins performants pour discriminer les signaux qu'avec T0.

- Pour les courbes du cumul d'énergie absolue de chaque mode d'endommagement, la fissuration matricielle et ledécollement fibre/matrice apparaissent dans le même ordre que pour T0. Toutefois, le cumul d'énergie absolue du décollement fibre/matrice à la rupture est plus élevée que ceux de la fissuration matricielle et de la rupture de fibres en raison de la dégradation de l'interface fibre/matrice.

- La dégradation de la matrice à cause de l'absorption d'eau à 40ºC (Sang et al, 2018) (Hong et al, 2018) (Benzarti et al, 2011) conduit à une augmentation du nombre d'événements cumulés de la fissuration matricielle en comparaison de celui à T0.

Pour le vieillissement VL à 24 semaines, il semble que les évolutions de chaque mode d'endommagement sont relativement similaires que celles de T0 :

- Les figures 2D montre une distribution similaire et une évolution assez similaire des trois modes d'endommagement malgré une modification d'une rupture explosive (T0) à une rupture transversale du vieillissement VL

- Une petite différence entre les résultats T0 et VL vient d'un plus grand cumul de l'énergie absolue du décollement fibre/matrice entre 30% et 90% du temps d'essai normalisé. Lors de l'essai de traction, une partie de l'interface fibre/matrice peut devenir une zone critique au cours du transfert du chargede la matrice aux fibres de carbone tandis que la polymérisation lente (paragraphe 1.2.2.2) consolide la matrice.

Les vieillissements V4 et VL à 24 semaines ont les influences différentes sur les évolutions de trois modes d'endommagement :

- Le cumul d'énergie absolue du décollement fibre/matrice à rupture pour V4 est plus élevé que celui pour VL. Deux phénomènes antagonistes génèrent cette différence : une dégradation de l'interface fibre/matrice à cause de l'absorption d'eau à 40ºC (V4), une amélioration de l'adhésion fibre/matrice en raison de la polymérisation lente de la résine TFC (VL)

- La condition V4 provoque une augmentation du nombre d'événements cumulés de la fissuration liée à la dégradation de la résine TFC. Malgré le fait que la polymérisation lente améliore la matrice et l'adhésion fibre/matrice sous VL, la ruine de l'interface fibre/matrice au cours du chargement peut être l'origine de l'augmentation du nombre d'événements cumulés du décollement fibre/matrice.

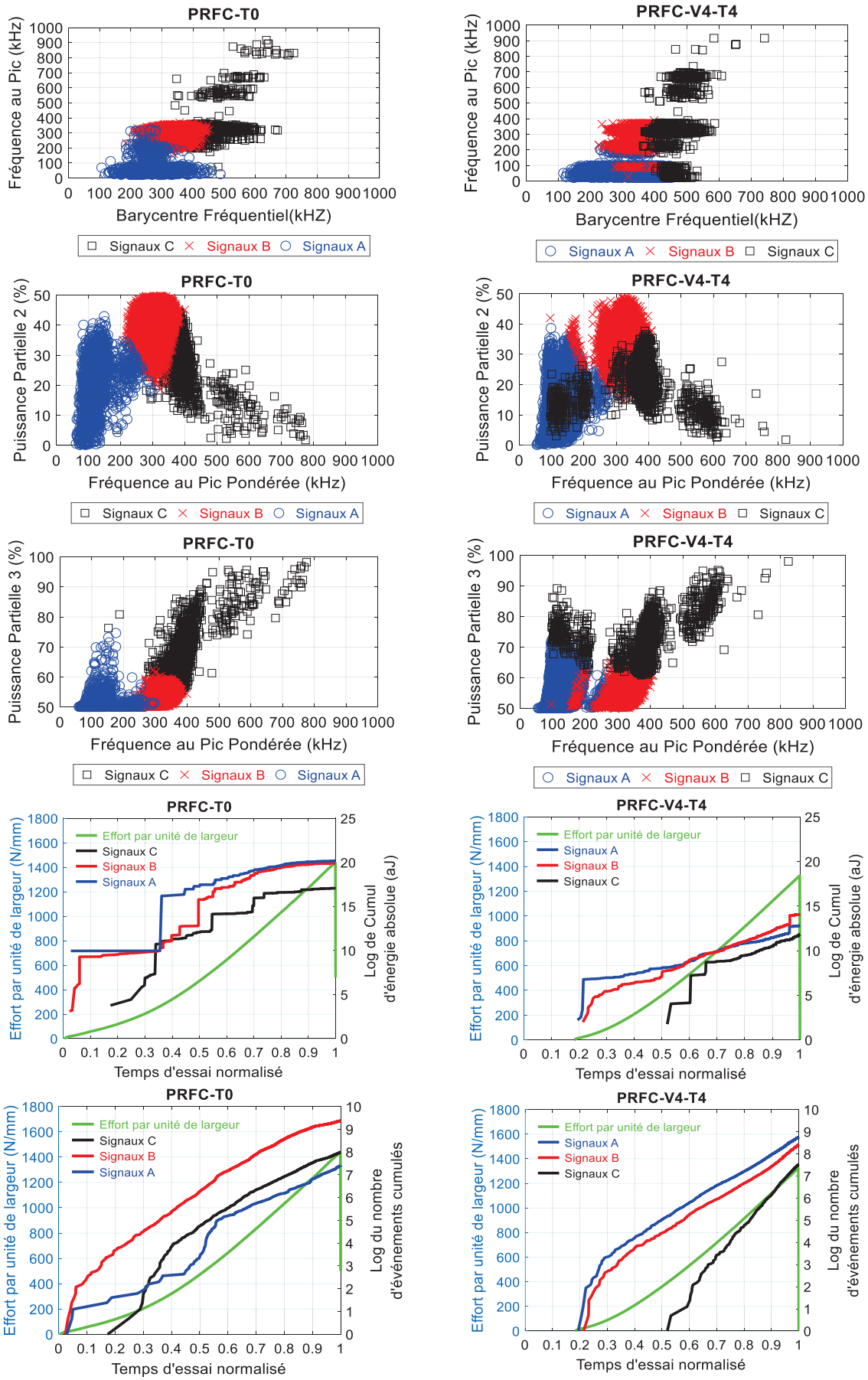


Figure 147: Résultats de la classification des modes d'endommagement du composite PRFC de référence (T0-aucun vieillissement) et du vieillissement V4 à 24 semaines

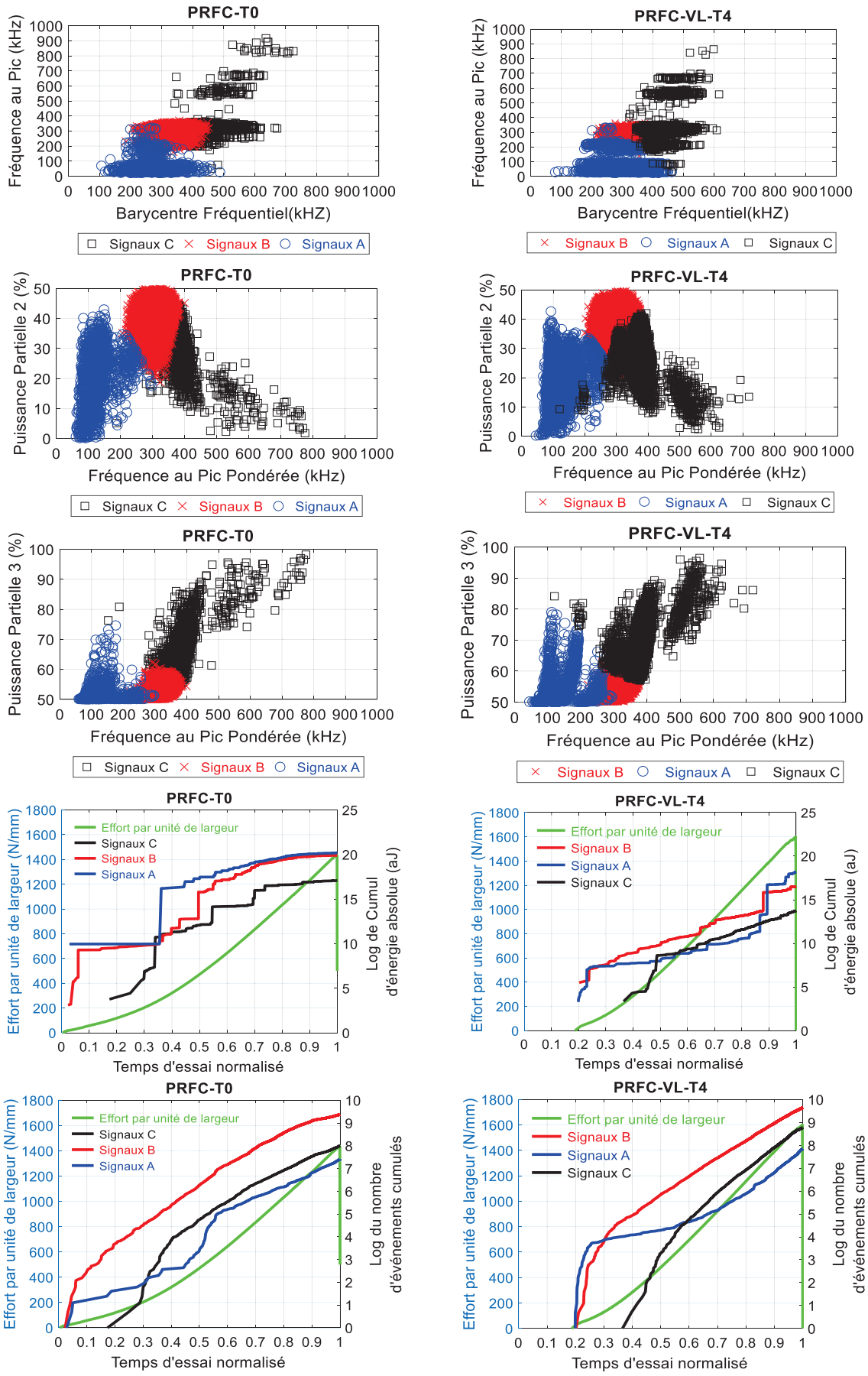


Figure 148: Résultats de la classification des modes d'endommagement du composite PRFC de référence (T0-aucun vieillissement) et du vieillissement VL à 24 semaines

3.1.5.4. Conclusion des résultats d'EA de PRFC

Les analyses des caractéristiques d'un coude du cumul d'événements et de la fonction Sentry ont permis de discriminer une modification de micro dommages en macro dommages des éprouvettes non vieillies et vieillies sous les conditions V4 et VL. Pour l'échantillon de référence (T0- aucun vieillissement), ce changement est apparu plus tôt que pour les éprouvettes vieillies et il est lié à une modification du mode de rupture de T0. La modification des performances, par exemples, effort normalisé ou déformation normalisée au coude, existe plus tôt pour le VL que pour le V4. Le retard du changement de micro dommages en macro dommages pour V4 est expliqué par une plastification de la résine TFC par absorption d'eau. L'apparition précoce de cette modification pour VL résulte de la polymérisation lente de la matrice.

La classification des modes d'endommagement du PRFC permet de suivre chaque endommagement des deux vieillissements VL et V4 : une évolution assez similaire entre l'échéance de référence (T0) et le VL à 24 semaines, une évolution différente entre V4 à 24 semaines et les échéances à T0 et à 24 semaines de VL. L'interface fibre/matrice devient une zone critique au cours du chargement même si la polymérisation lente sous la condition VL améliore l'adhésion fibre/matrice. Au contraire, la dégradation de la résine TFC et cette interface sous la condition V4 conduit à une réduction de l'énergie cumulée et une augmentation du cumul d'événements de la fissuration matricielle et du décollement fibre/matrice au moment de la rupture.

3.1.6. Evolution de la résistance au cisaillement interlaminaire

L'interface fibre/matrice joue un rôle important dans la performance à long terme du composite, et elle est responsable du transfert de l'effort de la matrice vers les fibres du renforcement. C'est pourquoi nous avons suivi la résistance au cisaillement interlaminaire au cours du vieillissement de cette interface sous différentes conditions.

3.1.6.1. Modes d'endommagement

Sur toutes les conditions de vieillissement, un seul mode de rupture a été enregistré : cisaillement entre deux plis avec une couche de la matrice arrachée et déchaussement des faisceaux de fibres de carbone à partir d'une petite aire de la matrice. Par conséquent, les vieillissements accélérés et naturel dégradent l'interface fibre/matrice (Figure 149).

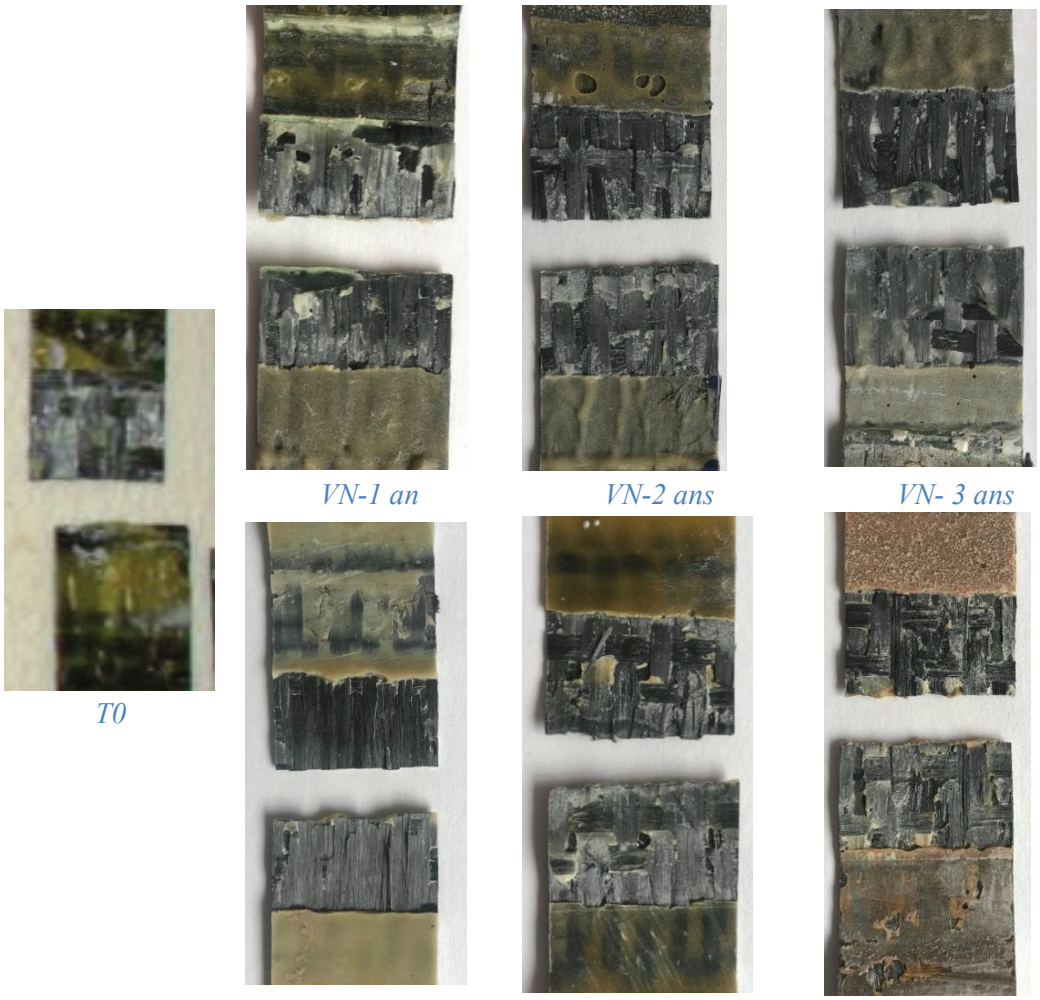


Figure 149: Modes de rupture du composite PRFC exposé aux divers vieillissements par l'essai de cisaillement interlaminaire

3.1.6.2. Evolution de la résistance de cisaillement

La Figure 150a montre que les résistances au cisaillement de référence (T0) 12,5 ± 1,4 MPa sont comparables entre les deux laboratoires (LMC^2 et IFSTTAR) .

Pour les échantillons exposés à la condition nominale V1 (20ºC, 50% HR), leur résistance au cisaillement continue de s'améliorer et gagne 10% par rapport à T0 en raison de la relaxation structurale de la matrice (paragraphe 1.2.2.2).

Sous V3, après une augmentation sur les 6 premiers mois, cette résistance amorce ensuite une phase décroissante et retrouve après 24 mois une valeur proche de celle de T0. En effet, la dégradation thermique sous la température 60ºC conduit à l'affaiblissement de l'interface entre la matrice et les faisceaux de fibres (Mercadé, 2017).

Pour la condition V5 (60ºC, 75% HR), soit pour une température élevée et une humidité relative modérée, la résistance au cisaillement à 24 mois continue à augmenter par rapport à T0. Au début du vieillissement V5, la plastification de la matrice avec une prise de masse remarquable de T0 à 3 mois dégradent légèrement l'interface fibre/matrice. La post-réticulation de la résine TFC à température de 60ºC améliore lentement l'adhésion fibre/matrice à long terme (Marouani et al, 2011).

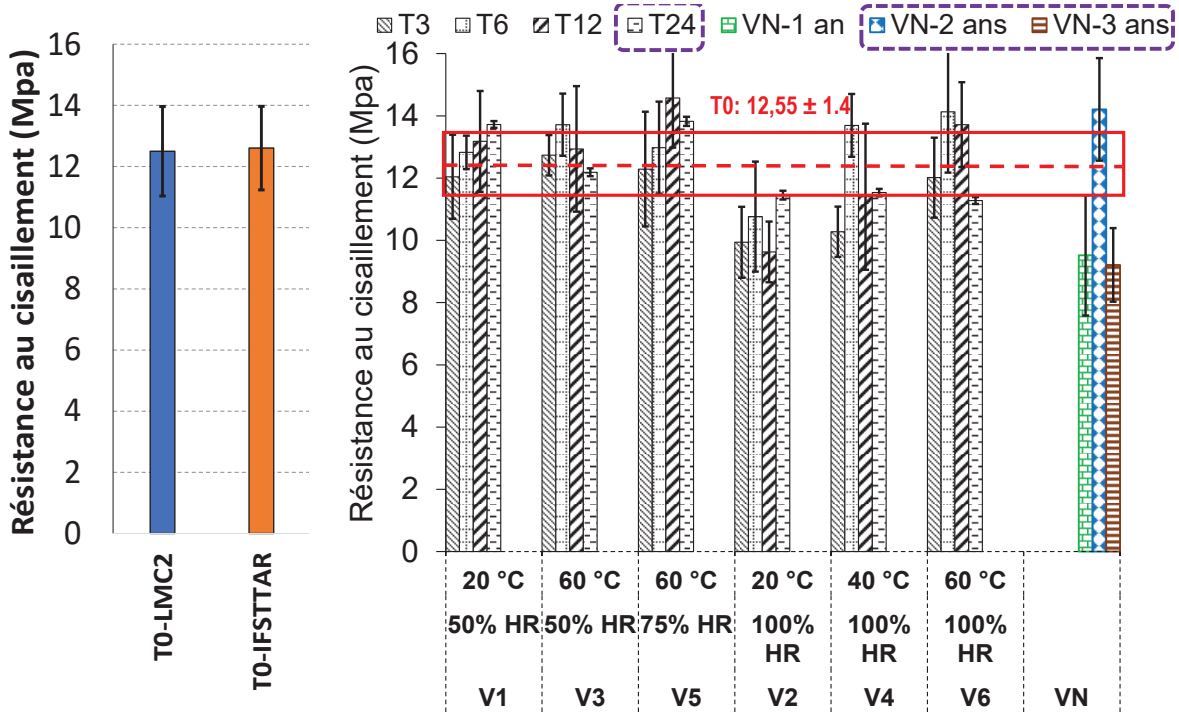
En résumé, pour les conditions à base humidité, une stabilisation globale de la résistance au cisaillement interlaminaire est obtenue par rapport à T0 après 24 mois de vieillissement.

- L'immersion du PRFC dans l'eau à 20ºC provoque une réduction de 10% de cette résistance après 24 mois malgré une diminution significative de 17% à l'échéance 12 mois. Cette condition produit une dégradation nette de l'interface fibre/matrice de 3 mois à 12 mois en raison de l'absence de post-cuisson de la matrice à 20ºC.

- Concernant les éprouvettes vieillies sous la condition V4 (40ºC, 100%HR), une diminution de 17% de la résistance au cisaillement est également obtenue après 24 mois. Une post-réticulation de la matrice (paragraphe 3.1.4.1) a amélioré l'adhésion fibre/matrice à échéance 6 mois. De 12 mois à 24 mois, la dégradation de la matrice et de cette interface est accélérée grâce à une plus grande diffusion d'eau à 40ºC que la condition V2 (Tableau 31).

- Les échantillons exposés au vieillissement V6 (60ºC, 100%HR) induisent deux phases d'évolution de cette résistance : une augmentation légère de T0 à 12 mois et une diminution environ de 17% après 24 mois. La post-réticulation de la résine TFC à la température 60ºC explique la première phase d'augmentation (paragraphe 3.1.4.1). Ensuite, la plus grande diffusion d'eau à l'interface fibre/matrice de cette condition (Tableau 31) dégrade cette interface et la matrice de 12 mois à 24 mois.

Il semble que les conditions immergées provoquent une même dégradation de l'interface fibre/matrice après 24 mois de vieillissement. Pour les deux conditions V2 et V4, les résultats à 24 mois ne montrent pas une forte dégradation en comparaison de l'échéance 3 mois. Au contraire, le résultat à 24 mois du vieillissement V6 montre une forte dégradation de cette interface par rapport aux trois échéances 3 mois, 6 mois et 12 mois.



(a) *(b)*

Figure 150: Evolution de la résistance au cisaillement de PRFC pour les vieillissements accélérés et le vieillissement naturel.

Les éprouvettes exposées au vieillissement naturel (VN) présentent une évolution fluctuante de la résistance au cisaillement : une diminution de 24 % de T0 à 1 an, une augmentation de 15% après 2 ans et une réduction de 26% après 3 ans. Le climat de la première année de VN en 2017 a montré de plus faibles températures et précipitations mais plus d'heures d'ensoleillement qu'en 2018 (Tableau 28). L'oxydation de la matrice par le rayonnement UV

provoque une dégradation marquée de l'interface fibre/matrice (Marouani et al, 2012). Les plus hautes température et humidité en 2018 peuvent produire une certaine polymérisation de la matrice sous le cycle absorption/désorption d'eau et la fatigue thermique (Sen, 2015). De 2019 à juin 2020, le nombre d'heures d'ensoleillement est proche de celui de l'année 2018 (2193 par rapport à 2124) mais les températures et précipitations sont inférieures à celles de l'année 2018. Le processus de polymérisation devient moins dominant par rapport à une dégradation de cette interface en raison de l'oxydation de la matrice et l'absorption d'eau. Par conséquent, le VN à 3 ans montre une diminution de la résistance au cisaillement.

Pour les essais de vieillissement accéléré, le facteur d'accélération (FA) est le rapport aux résistances au cisaillement de VN à 2 ans et 3 ans et de VA de 3 mois à 24 mois. Le Tableau 35 montre que le vieillissement de l'interface fibre/matrice sous les conditions (V1 à 12 et 24 mois, V3 à 6 mois, V5 de 6 à 24 mois, V4 à 6 mois, V6 de 6 à 12 mois) sont proches du VN à 2 ans. Une post –réticulation de la matrice pour l'échéance 6 mois des conditions V3, V5, V4, V6 et une polymérisation de cette matrice au cours du VN à 2 ans contribuent à améliorer l'adhésion fibre/matrice.

Tableau 35 – Facteur d'accélération du VN à 2 ans

Condition du vieillissement	T3 mois	T6 mois	T12 mois	T24 mois
V1 (20°C, 50%HR)	1,18	1,11	**1,08**	**1,04**
V3 (60°C, 50%HR)	1,12	**1,04**	**1,10**	1,17
V5 (60°C, 75%HR)	1,16	**1,09**	**0,98**	**1,03**
V2 (20°C,100%HR)	1,43	1,32	1,48	1,24
V4(40°C, 100%HR)	1,38	**1,04**	1,25	1,23
V6 (60°C,100%HR)	1,18	**1,01**	**1,04**	1,26

Tous les FA comparant le VN à 3 ans et les VA de toutes les échéances sont inférieurs à 1. Le VN à 3 ans a induit plus de dégradation de l'interface fibre/matrice que les six conditions de VA. Les meilleures corrélations entre le résultat de VN à 3 ans et les VA sont le V2 à 6 mois et 12 mois et le V4 à 3 mois. Pour la condition V2, la plastification et la dégradation de l'interface fibre/matrice expliquées précédemment entrainent une diminution significative de cette résistance à 6 mois. A cette échéance, la polymérisation lente de la résine TFC à température de 20°C a une faible influence sur ce résultat. La dégradation de l'interface fibre/matrice prévaut à 3 mois du vieillissement V4 par la diffusion d'eau à 40°C. Pour le VN à 3 ans, la polymérisation lente de la résine TFC après 2 ans de vieillissement a un faible impact en comparaison de la dégradation de cette interface analysée ci-dessus. La résistance au cisaillement du VN à 3 ans a été fortement réduite par rapport au VN à 2 ans.

Tableau 36 – Facteur d'accélération du VN à 3 ans

Condition du vieillissement	T3 mois	T6 mois	T12 mois	T24 mois
V1 (20°C, 50%HR)	0,76	0,72	0,70	0,67
V3 (60°C, 50%HR)	0,72	0,67	0,71	0,76
V5 (60°C, 75%HR)	0,75	0,71	0,63	0,67
V2 (20°C,100%HR)	**0,93**	0,86	**0,96**	0,80
V4(40°C, 100%HR)	**0,90**	0,67	0,81	0,80
V6 (60°C,100%HR)	0,77	0,65	0,67	0,82

3.1.7. Conclusion

En conclusion, il faut souligner que le vieillissement du composite PRFC provient des vieillissements de la résine TFC et de l'interface fibre/matrice. Les différents essais à court terme ont confirmé une absorption d'eau assez similaire entre le PRFC et la résine TFC mais une forte dégradation de la résine TFC par rapport au PRFC.

Pour les conditions sans immersion (V1, V3 et V5), la durabilité du composite PRFC est assurée après 24 mois de vieillissement. En cas d'immersion du composite PRFC, la condition V2 (20ºC, 100%HR) est une condition sévérisée pour dégrader les performances mécaniques de PRFC. En effet, il semble qu'une plastification et une dégradation de l'interface fibre carbone/résine TFC se produisent à cette condition. La post-réticulation de la résine époxyde TFC aux températures de 40ºC et 60ºC et la cinétique plus rapide de diffusion d'eau sont les principales causes de dégradation du composite PRFC soumis aux conditions V4 et V6. D'effets opposés, ils conduisent à une diminution légère des propriétés mécaniques de PRFC. Le composite PRFC immergé dans l'eau est moins durable que dans des conditions sans immersion.

Les analyses des données EA ont contribué à mieux appréhender les évolutions des mécanismes d'endommagement des deux composites vieillis aux V4 et VL. Une dégradation de l'interface fibre/matrice et de la résine TFC conduit à augmenter la fissuration matricielle et le décollement fibre/matrice. En cas de VL, malgré une amélioration de l'adhésion fibre/matrice grâce à la polymérisation lente, le décollement fibre/matrice est prédominant sur la fissuration matricielle et la rupture de fibres.

Les facteurs d'accélération sont aussi analysés pour les performances mécaniques en traction et au cisaillement. Pour les propriétés mécaniques en traction, les FA sont divers de 2 ans à 3 ans de VN. La condition V5 (60ºC, 75%HR) a confirmé que la dégradation du PRFC sous VN de 2 ans à 3 ans est cohérente à celle du vieillissement V5 à 3 mois. Concernant la résistance au cisaillement interlaminaire, les FA sont également variés : une corrélation aux V3-V6 à 6 mois pour le VN à 2 ans et celle au V2, V4 à 3 mois pour le VN à 3 ans. Ces évolutions des FA montrent que la variabilité climatique d'une année sur l'autre ajoute à la complexité de trouver une correspondance entre VA et VN. Pour le vieillissement VN, l'interface fibre de carbone/résine TFC est moins durable que le composite PRFC.

3.2. RESULTATS DU COMPOSITE EPOXYDE BIOSOURCEE/LIN

3.2.1. Cinétique de sorption d'eau

- ***Cinétique de sorption d'eau du composite PRFL et de la résine bio-sourcée à court terme***

Les courbes de prise de masse de la résine bio sourcée et du composite PRFL exposés au vieillissement V4 en fonction de la racine du temps sont présentées sur la Figure 151. A la différence du PRFC dont l'absorption est fortement contrôlée par celle de la résine TFC (Figure 126), le PRFL présente une absorption d'eau 5 à 6 fois supérieure à celle de la résine bio-sourcée. La valeur maximale de la masse absorbée de la résine bio sourcée (1,1%), est en accord avec les résultats obtenus par Chlela (2019) sur la même résine. Le durcisseur phénalkamine de la résine bio-sourcée est constitué de longues chaines aliphatiques particulièrement hydrophobes qui expliquent la faible absorption d'eau mesurée (Viretto et Galy, 2018) (Viretto et Galy, 2016). Compte tenu du caractère hydrophobe de cette résine, il semble que l'absorption

d'eau dans le PRFL se fasse par la fibre de lin elle-même et à l'interface fibre de lin/matrice. Ces conclusions sont confirmées par les thèses de Chlela (2019) et de Rouch (2018).

La prise de masse du PRFL a été mesurée pour les deux vieillissements V4 et VL. Pour la condition VL, la masse absorbée varie peu en raison de la faible humidité sous atmosphère ambiante. La Figure 151 montre l'augmentation progressive de l'absorption d'eau de 0 à 6 mois pour le PRFL lors du vieillissement V4. A la différence de la résine pure, le PRFL ne présente pas de plateau de saturation à l'issue des 24 semaines. Il conviendra de prolonger les essais pour observer le plateau. Azwa et al (2013) et Baley et al (2005) ont expliqué que l'absorption d'eau d'un composite à base de fibres naturelles vient non seulement de la diffusion d'eau au sein de la matrice et de l'interface fibre/ matrice mais également du transport capillaire de l'eau au sein du lumen des fibres naturelles hydrophiles.

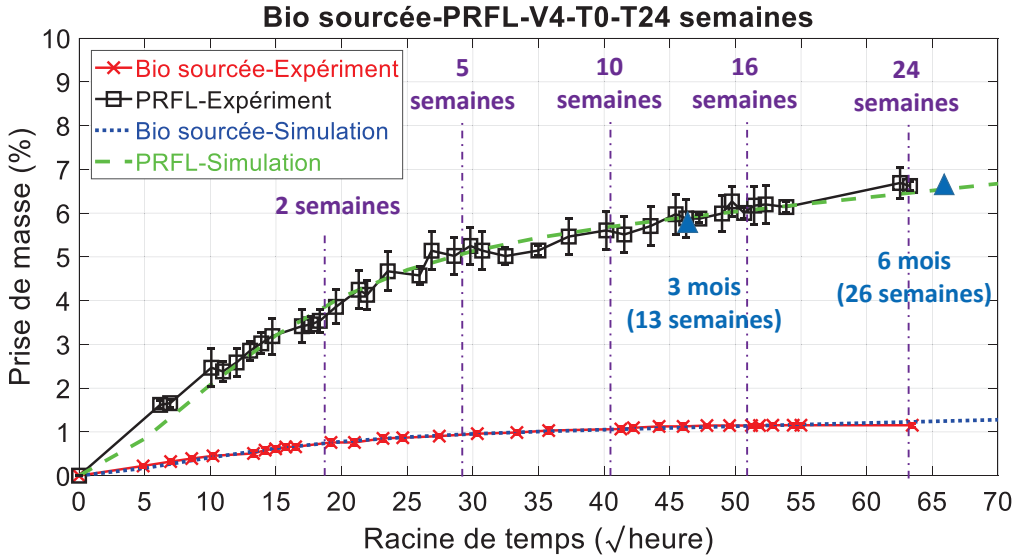


Figure 151 : Prise de masse de la résine bio-sourcée et du PRFL en fonction de la racine du temps pour le vieillissement V4

Le modèle de diffusion en deux étapes (paragraphe 1.2.1.2) a été aussi appliqué sur les données de la prise de masse du PRFL et de la résine bio sourcée. Le Tableau 37 présente les valeurs des paramètres de ce modèle. Pour la phase initiale de diffusion, une plus grande valeur de la prise de masse à l'état de quasi équilibre (W_∞) et du coefficient de diffusion corrigé (D_c) du PRFL est obtenue pour une plaque PRFL par rapport à une éprouvette de résine bio sourcée. Au contraire, le paramètre k d'une plaque PRFL est plus faible que celui de la résine bio sourcée pour la deuxième phase de diffusion. L'écart entre ces deux valeurs peut être expliqué par la sorption d'eau des fibres de lin mentionnée ci-dessus.

Tableau 37 : Paramètres de diffusion de PRFL et de résine bio sourcée pour le vieillissement de V4

Type d'échantillon	***W_∞ (%)***	***$k \times 10^{-5}$ ($1/\sqrt{s}$)***	***$D \times 10^{-6}$ (mm^2/s)***	***$D_c \times 10^{-6}$ (mm^2/s)***
Plaque PRFL	4,471	11,7	0,74	0,704
Eprouvette de la résine bio sourcée	0,759	16,3	0,535	0,341

- ***Cinétique de sorption d'eau du composite PRFL à long terme***

Des échantillons du composite PRFL de 25x25 mm^2 ont été soumis aux six conditions de vieillissement V1, V2, V3, V4, V5 et V6 pour suivre la cinétique de sorption d'eau. Le faible niveau d'humidité (50%HR) des V1 et V3 n'induit pas une prise de masse significative. La

Figure 152 présente de ce fait seulement les évolutions de l'absorption d'eau du composite PRFL pour les quatre vieillissements V2, V4, V5 et V6. Les mêmes influences de la température et de l'humidité sur la masse d'eau absorbée que pour le composite PRFC sont notées : plus l'humidité est élevée, plus la prise de masse à 24 mois (abscisse de 132) est importante (Scida et al, 2011) (Yan et Bing, 2016) (Rouch, 2018). En condition immergée, plus la température est élevée, plus la prise de masse est grande.

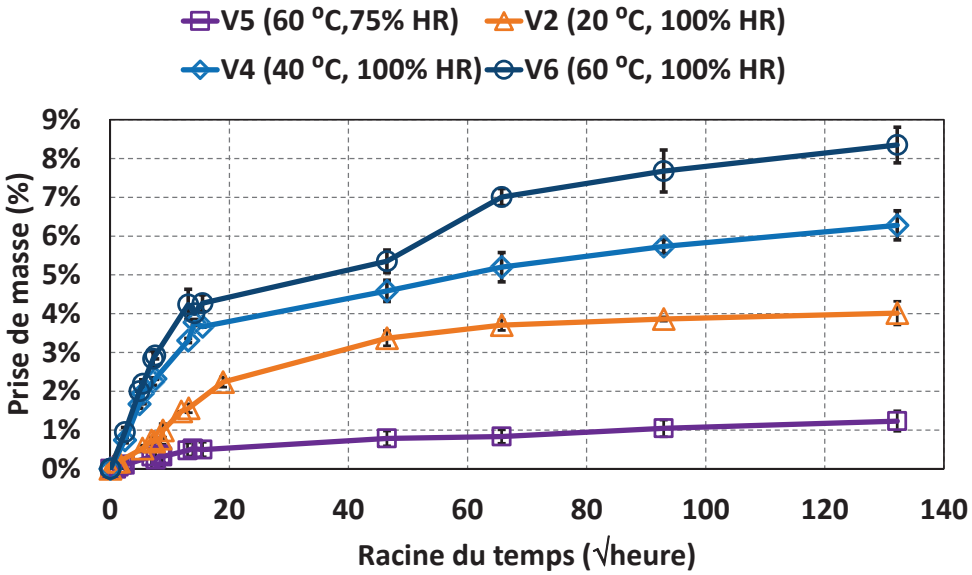


Figure 152 : Prise de masse du composite PRFL en fonction de la racine du temps pour les quatre vieillissements V2, V4, V5 et V6

Le modèle de diffusion en deux étapes du paragraphe 1.2.1.2 a été appliqué sur les données expérimentales (Figure 153). Pour les conditions d'immersion V2, V4, V6, la prise de masse à l'état de quasi-équilibre (W_∞) et le coefficient de diffusion corrigé (D_c) à 24 mois augmentent avec la température de l'eau (Tableau 38). Pour les conditions immergées, plus la température est élevée, plus Dc est important. Cette tendance confirme l'hypothèse d'un effet non négligeable de la température d'eau sur la cinétique de diffusion (paragraphe 1.2.1.2). Une augmentation de la constante k suivant l'ordre V2, V4, V6 et V5 pourrait être expliquée par non seulement une relaxation élevée de la résine bio sourcée mais aussi des fissurations du composite PRFL à température élevée pour la deuxième phase de diffusion. La différence entre le gonflement des fibres de lin et celui de la résine bio sourcée engendre des fissurations additionnelles sur l'interface fibre de lin/résine bio sourcée (Yan et Bing, 2016) (Azwa et al, 2013). Ces fissurations permettent le passage des molécules d'eau qui diffusent par transport capillaire au centre des fibres de lin. Par conséquent, l'absorption d'eau est accélérée dans la deuxième phase de diffusion pour le composite PRFL.

Tableau 38 – Paramètres du modèle de diffusion en deux étapes pour quatre vieillissements de PRFL

Conditions de vieillissement	***W_∞ (%)***	***$k \times 10^{-5}$ ($1/\sqrt{s}$)***	***$D \times 10^{-6}$ (mm^2/s)***	***$D_c \times 10^{-6}$ (mm^2/s)***
V2 (20°C, 100%HR)	3	4,78	0,237	0,147
V4 (40°C, 100%HR)	3,649	9,58	1,20	0,739
V6 (60°C, 100%HR)	4,177	13,6	1,30	0,801
V5 (60°C, 75%HR)	0,474	20,6	0,966	0,597

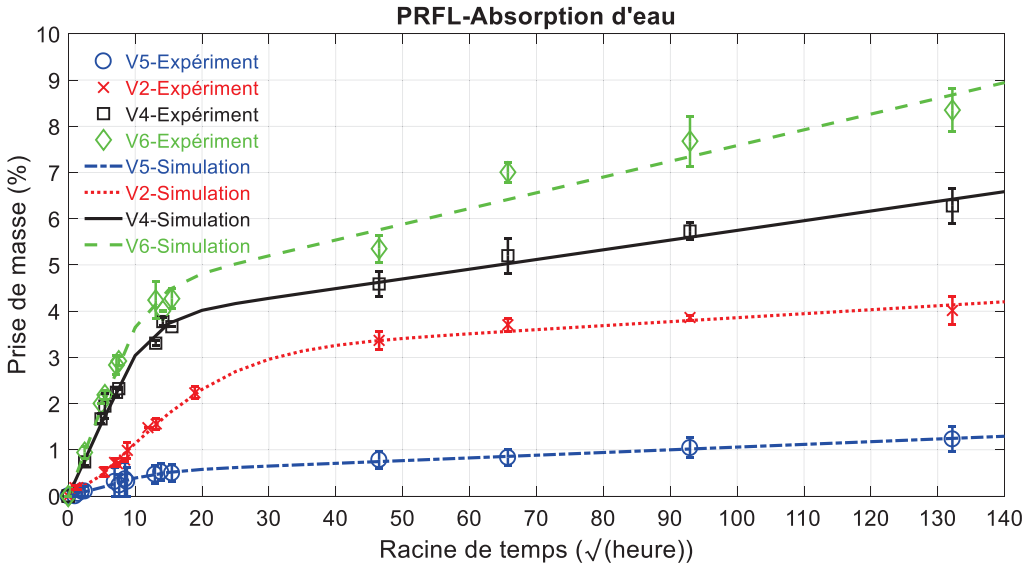


Figure 153 : Simulation du modèle de diffussion en deux étapes pour la sorption d'eau de PRFL

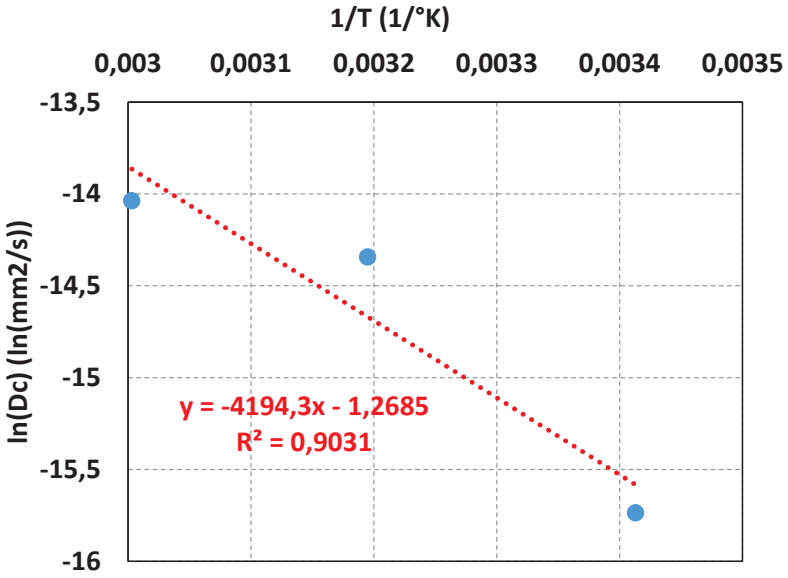


Figure 154 : Application de la relation de type Arrhenius pour les coefficients de diffusion des composites PRFL immergés dans l'eau à différentes températures

Les paramètres de la loi d'Arrhenius 1D ont été déterminés comme dans le paragraphe 3.1.1 sur les paramètres du modèle de diffusion en deux étapes des composites PRFL immergés (Figure 154). Le coefficient de diffusion du composite PRFL (D_o) est égale à 0,281 mm^2/s. La valeur de 36,14 (kJ/mol) est l'énergie d'activation du composite PRFL.

3.2.2. Température de transition vitreuse

- ***Analyse de la T_g de la résine bio sourcée***

La Figure 155 présente les résultats de la T_g de la résine bio sourcée exposée aux vieillissements VL et V4. Le vieillissement VL montre une amélioration légère de la T_g en comparaison de celle de T0. En effet, le vieillissement physique sous forme de relaxation structurale (1.2.2.2) sous la température ambiante induit une polymérisation lente du réseau de la matrice. Pour le V4, une augmentation de 23% de la T_g est observée par rapport à T0 et à VL. Cette tendance est expliquée premièrement par la faible plastification de la matrice à cause de sa faible absorption d'eau (Figure 151). En outre, la température de 40°C de V4 entraîne la post-réticulation lente de la matrice et celle-ci augmente rapidement la T_g à 5 semaines (Yan et

Bing, 2016) (Benzarti et al, 2011). En comparaison des échéances de T13 semaines et T26 semaines de Chlela (2019), ces résultats de V4 ont confirmé les écarts négligeables entre T10, T13 semaines et T16 semaines. On observe une stabilité de la T_g autour de 72ºC de 5 semaines à 26 semaines mais elle est plus faible que la T_g maximale du réseau DGEBA/phénalkamine de 82ºC (Viretto et Galy, 2018). Pour le V4, la résine bio-sourcée n'a pas atteint son niveau final de réticulation après 26 semaines.

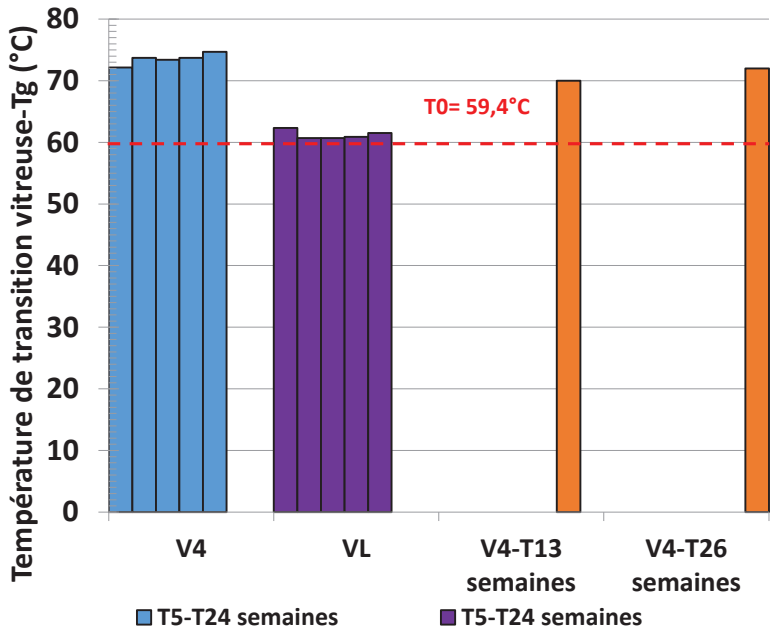


Figure 155 : Résultats de Tg de la résine bio sourcée exposée aux vieillissements V4 et VL

- ***Analyse de la T_g de PRFL à 24 mois***

La valeur moyenne et l'écart-type de la T_g après 24 mois de vieillissement sont obtenus à partir de trois éprouvettes pour toutes les conditions de vieillissement et les résultats de T_g de T0 à 24 mois proviennent des recherches de Chlela (2019). La T_g de l'éprouvette de référence T0 (aucun vieillissement) est égale à 54,8ºC.

Pour la condition V1 (20ºC, 50%HR), la T_g à 24 mois augmente légèrement et atteint 60ºC. La réaction lente des monomères résiduels (paragraphe 1.2.2.2-relaxation structurale) sous une basse température (20ºC) permet de réticuler lentement le réseau de la résine bio sourcée. Cependant, la T_g de 24 mois reste plus faible que la T_g maximale du réseau DGEBA/phénalkamine qui est de 82ºC et cela confirme que la réticulation du PRFL n'est toujours pas complète (Viretto et Galy, 2018).

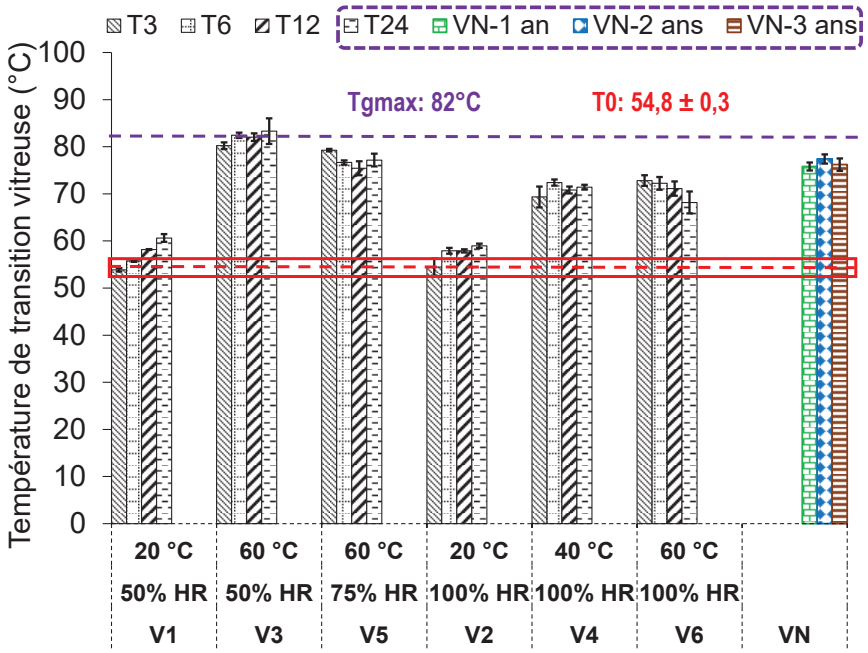


Figure 156 : Résultats de T_g de PRFL exposé aux différentes conditions du vieillissement accéléré de 24 mois et au vieillissement naturel de 3 ans (Chlela, 2019)

La température élevée de 60°C et la faible humidité de 50%HR pour la condition V3 permettent de faciliter la réaction des monomères résiduels. Cet effet de post-cuisson conduit à l'augmentation rapide de la T_g qui passe de 54,8 °C à T0 à la T_g maximale de 82°C après 6 mois. La valeur de T_g reste stabilisée de 6 mois à 24 mois à sa valeur maximale. Il semble que le PRFL sous V3 atteint sa réticulation complète après 6 mois de vieillissement. De plus, l'augmentation de son écart-type pour l'échéance de 24 mois pourrait résulter des phénomènes de thermo-oxydation dans l'épaisseur du PRFL (Chlela, 2019). La condition V5, avec une plus grande humidité que V3 (75%HR), conduit à une plus faible valeur de T_g à 24 mois par rapport à V3 mais sa T_g de 6 mois à 24 mois est stable autour de la valeur de 78°C. En effet, la post-réticulation de la matrice sous la température de 60°C, qui est prédominante de T0 à 3 mois, empêche la diffusion de l'eau au sein de PRFL. Ensuite, les molécules d'eau absorbées sous l'humidité de 75%HR, génèrent une plastification du réseau de la matrice, ce qui abaisse la T_g de la matrice (paragraphe 1.2.2.3).

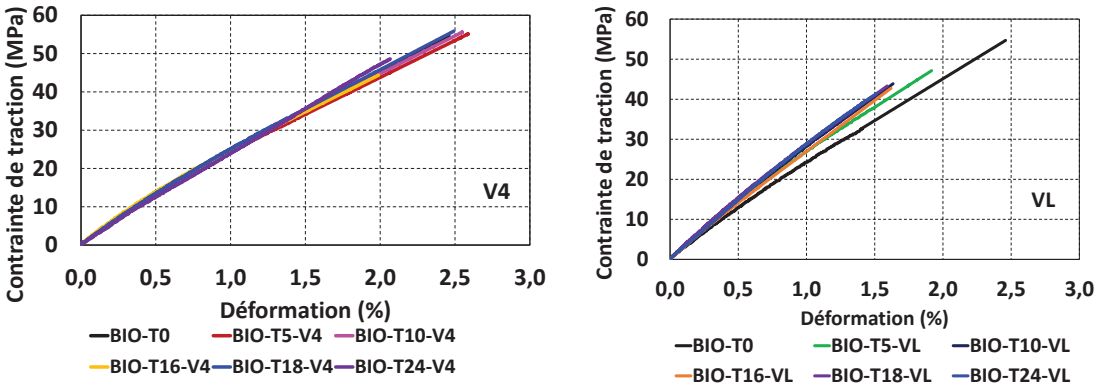
Pour les échantillons immergés dans l'eau à 20°C (V2), une évolution similaire à V1 (20°C, 50%HR) est observée mais l'augmentation de la T_g à 24 mois est plus faible que sous V1. Nous pensons qu'il existe deux effets antagonistes pour la condition V2 : la plastification du réseau de la matrice par les molécules d'eau absorbées (Verdu, 2000) et la poursuite de la réticulation lente de la matrice à 20°C (Marouani et al, 2011). La plastification du réseau de la matrice prévaut sur la réticulation de la matrice, ce qui conduit à une légère diminution de T_g à 24 mois par rapport de celle de V1.

Les vieillissements accélérés V4 (Immersion à 40°C) et V6 (Immersion à 60°C) montrent une stabilité de la T_g autour de 70°C, supérieure à celle de 54,8°C obtenue à T0. Néanmoins le vieillissement V6 a une tendance à diminuer la T_g à partir de 24 mois. Cette évolution différente entre V6 et V4 peut s'expliquer par une cinétique de sorption d'eau plus rapide à 60°C qu'à 40°C (Rouch, 2018) (Yan et Bing, 2016). La T_g de 70°C après 24 mois de vieillissement est plus faible que la T_g maximale de 82°C et la post-réticulation de la matrice est plus lente sous immersion à 40°C (Yan et Bing, 2016) (Benzarti et al, 2011) (Cromwell et al, 2011)

Pour les PRFL exposés au vieillissement naturel d'un an à trois ans, la Tg présente une augmentation rapide lors de la première année (54,8°C à T0 / 76°C à 1 an) suivie par une évolution plus faible pour la deuxième année (78°C). Après 3 ans du VN, la T_g de 76,2° C est similaire à celle du VN à un an. Ces valeurs sont proches de la T_g maximale de 82°C et l'exposition à l'environnement extérieur a induit une post-réticulation lente de la matrice d'un an à 3 ans. L'évolution de la T_g d'un an à trois ans de VN est compatible avec les changements de la température moyenne et de la précipitation des trois années 2017-2019 (Tableau 28). Le début du vieillissement naturel pendant la période estivale en juin 2017 et une augmentation de la température moyenne ont induit une post-réticulation de la matrice lors du vieillissement naturel (Sen, 2015), (Nishizaki et al, 2005).

3.2.3. Résultats d'essai en traction des résines

Les résultats expérimentaux de V4 montrent un comportement similaire de T0 à T18 semaines. Le vieillissement V4 ne provoque pas de dégradation significative de la résine bio-sourcée. La faible prise de masse (moins de 1,2 %-Figure 151) ne produit pas une plastification appréciable de la matrice. Le comportement de cette résine sous la condition V4 est non linéaire et similaire à celui de T0 (Figure 157a). Les performances mécaniques de la résine bio-sourcée ont été calculées à partir de la section transversale réelle (Tableau 19). Une stabilisation des propriétés mécaniques de la résine bio-sourcée sous la condition V4 est obtenue après 24 semaines de vieillissement (Figure 158).



(a) *(b)*

Figure 157 : Courbes contrainte/ déformation de la résine bio sourcée pour les vieillissements V4 (a) et VL (b)

Au cours du vieillissement VL, le comportement de la résine bio-sourcée passe d'un comportement non linéaire à T0 à celui quasi linéaire après 24 semaines (Figure 157b). Les modules E1 et E2 tendent à augmenter, contrairement à la résistance et la déformation ultime qui diminuent (Figure 158). Chaussadent et Clement (2006) ont proposé qu'une gamme de températures entre T_g -50°C et T_g facilite un vieillissement physique sous forme de réorganisation des chaînes de la matrice. Ce phénomène s'accompagne d'une fragilisation de la matrice, avec une augmentation de sa rigidité et une diminution de la résistance en traction et de la déformation ultime (Fayolle et Verdu, 2005).

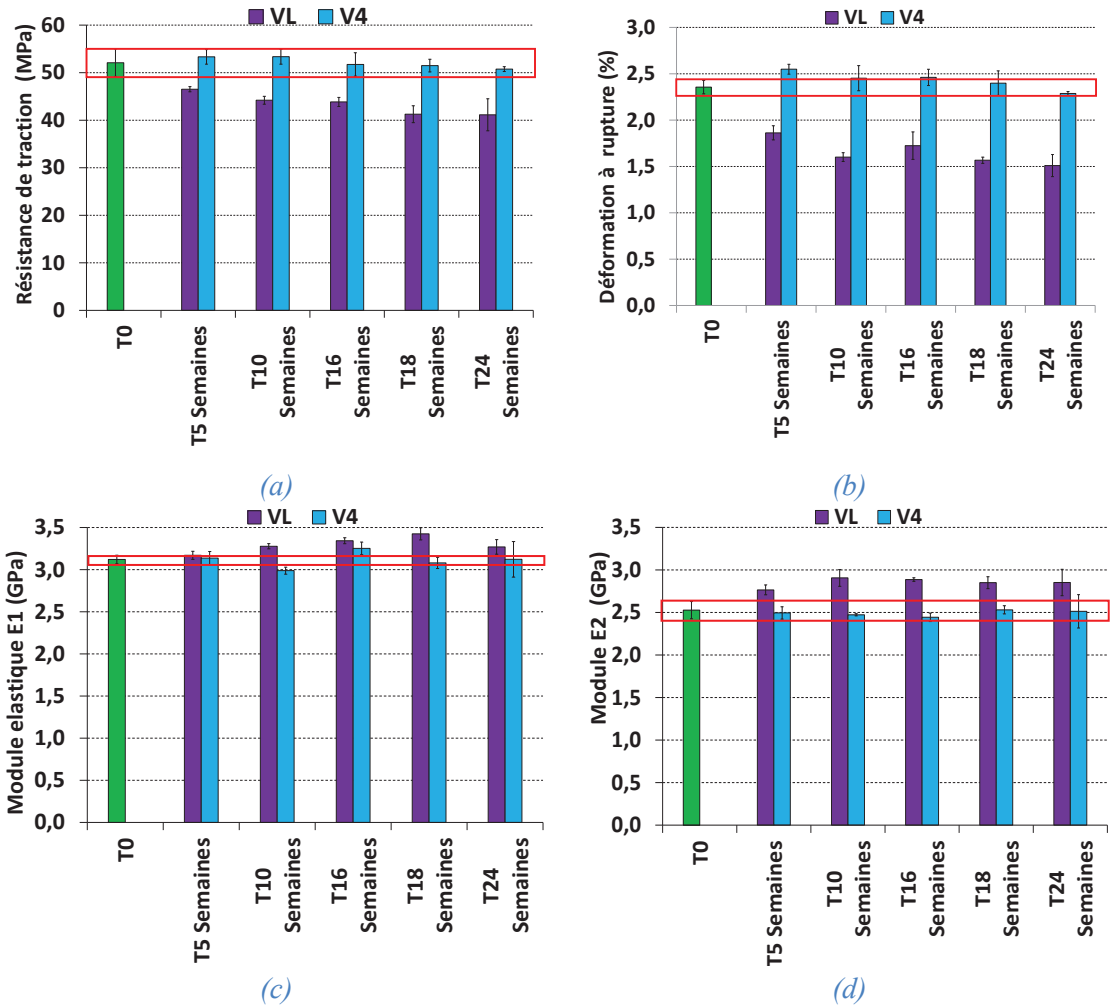


Figure 158 : Diagrammes de la résistance de traction et de la déformation ultime de la résine bio sourcée pour les vieillissements VL et V4

3.2.4. Résultats d'essai de traction simple des composites

3.2.4.1. Analyse des résultats du vieillissement accéléré et naturel à 24 mois

- ***Mode de rupture***

La Figure 159 présente les différents modes de rupture pour le PRFL exposé aux vieillissements accéléré et naturel à l'échéance de 24 mois. Les éprouvettes de T0, de VN et de V5 présentent une rupture transversale sur toute leur largeur sans signe de déchaussement des fibres de lin. Il n'y a donc pas de signe d'une dégradation de l'interface fibre/matrice. La couleur des fibres de lin pour le VN est plus blanche par rapport à celle de T0 et la couleur de la matrice a aussi changé, passant de la couleur grise de T0 à la couleur jaune de 1 à 3 ans de VN. Ce changement de la couleur de la matrice et des fibres résulte de la photo-oxydation induite par la lumière du soleil (Hallonet, 2016) (Marouani et al, 2012). En observant les images du VN, une partie de la matrice de la couche de fermeture s'est rétractée et au sein de fibres de lin apparaissent des résidus de matrice agglomérés. L'oxydation de la matrice en milieu humide à haute température explique le changement de la couleur grise de T0 à la couleur jaune plus ambrée pour les vieillissements V5 (60ºC, 75% HR) et V6 (60ºC, 100% HR) (Ernault, 2016) (Lobanov et Zubova, 2019).

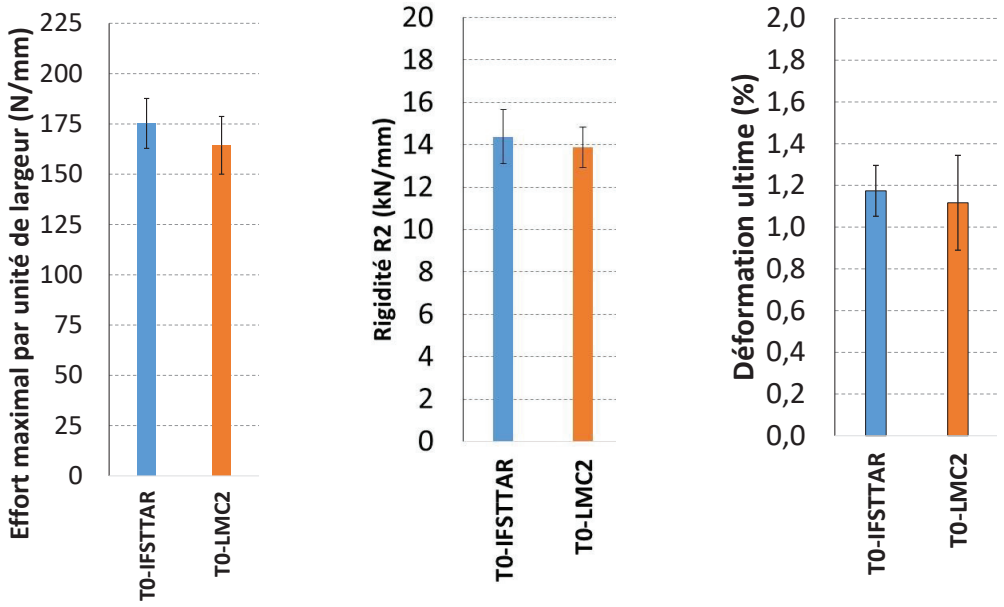
Pour les conditions de vieillissement avec immersion des PRFL, le mode de rupture est une rupture transversale de l'éprouvette avec des fibres de lin déchaussées de la matrice sur

toute la section rompue. En outre, le vieillissement V6 montre plus de déchaussement de fibres de lin que celle de V4, donc la dégradation de l'interface fibre/matrice de V6 est plus élevée que V4. L'immersion est une condition sévère pour dégrader l'adhésion fibre/matrice et la dissolution de fibres de lin (Scida et al, 2011) (Assarar et al, 2011).

Figure 159 : Modes de rupture des PRFL après vieillissements accélérés et naturel de 24 mois

- ***Analyse des propriétés mécaniques obtenues pour l'échéance de 24 mois***

La Figure 160 présente la comparaison des performances mécaniques obtenues à l'IFSTTAR et au LMC^2 pour les éprouvettes de PRFL non vieillies. Ces résultats illustrent que la variabilité entre les deux lieux d'essai peut être considérée comme faible. Le PRFL non vieilli possède un effort par unité de largeur moyen de 170 ±13 N/mm, une rigidité moyenne de 14± 1,1kN/mm, et une déformation ultime moyenne de 1,15±0,17 %.



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

Figure 160 : Résultats des essais de traction réalisés dans les deux laboratoires (IFSTTAR et LMC2) sur le PRFL non vieilli : (a) capacité de traction (b) rigidité E2 (c) déformation ultime

La Figure 161 montre les résultats des performances mécaniques des PRLF exposés aux vieillissements accélérés (VA) et naturel (VN). L'analyse et l'interprétation des résultats de T0 à T12 mois de V4 et de VN d'un an ont été réalisées dans la thèse de Chlela (2019). Dans cette recherche, les résultats de VA de T24 mois et de VN de deux ans et trois ans sont analysés. Ils sont indiqués en violet sur les graphiques.

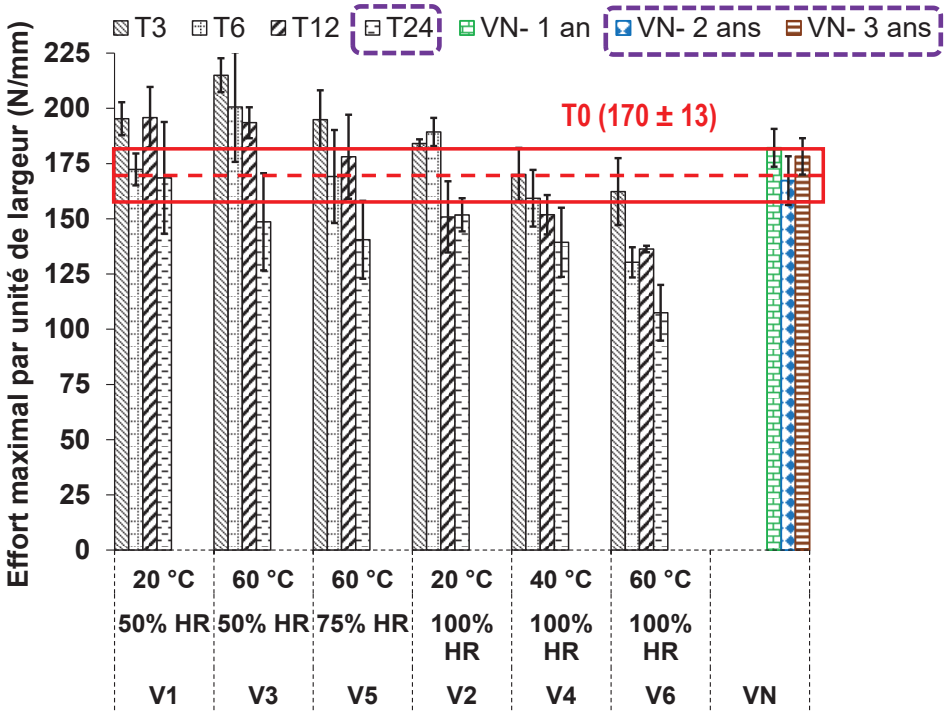
- Le vieillissement V1 (20ºC, 50%HR) ne produit pas de dégradation significative des performances mécaniques des PRFL à T24 mois. La réticulation lente des monomères résiduels (paragraphe 1.2.2.2), est confirmée par l'augmentation lente de la T_g (Figure 156) et ne conduit pas à une augmentation de ces performances.

-Les échantillons mis au vieillissement V3 (60ºC, 50%HR) montrent une diminution significative de 15% de l'effort maximal par unité de largeur et de 20% de la déformation ultime après 24 mois. Une stabilisation de la rigidité R2 est observée de 3 mois à 24 mois de vieillissement. Baley et al (2012) et Campana (2018) (Thuault, 2011) (Chlela, 2019) ont confirmé qu'une température élevée dégrade les performances mécaniques de la fibre de lin par la dégradation de la paroi mitoyenne des faisceaux de fibres de lin. Cette dégradation thermique induit la diminution de l'adhésion fibre/matrice et réduit l'effort maximal de PRFL. Par ailleurs, la T_g du PRFL sous cette condition a augmenté jusqu'à la T_g maximale de la résine bio-sourcée (Figure 156). La post-réticulation du PRFL peut être considérée complète et cela explique la stabilisation de la rigidité R2 et une diminution significative de la déformation ultime.

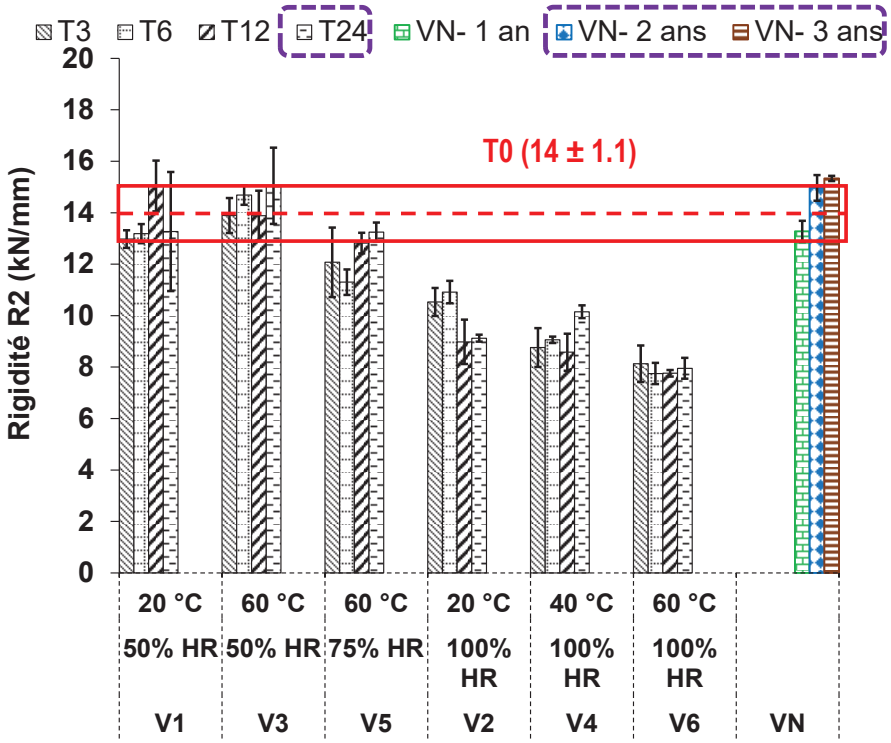
-A V5 (60ºC, 75%HR), l'humidité modérée à 75%HR produit une plastification légère de la matrice par une absorption légère d'eau (Figure 152) comme le composite PRFC (paragraphe 3.1.4.1). Les T_g du PRFL de cette condition sur la Figure 156, sont plus fortes mais l'augmentation est plus faible que pour V3. De T0 à 6 mois, cette plastification domine et conduit à une réduction de la rigidité R2 et une augmentation de la déformation ultime. A partir de 12 mois, la dégradation thermique de la fibre de lin et la post-réticulation de la matrice sous la température de 60ºC deviennent prédominantes par rapport à la plastification de la matrice. Les conséquences de ces deux phénomènes introduisent une diminution de 20% et de 7%

respectivement pour l'effort maximal et la rigidité R2 mais la déformation ultime après 24 mois reste stable.

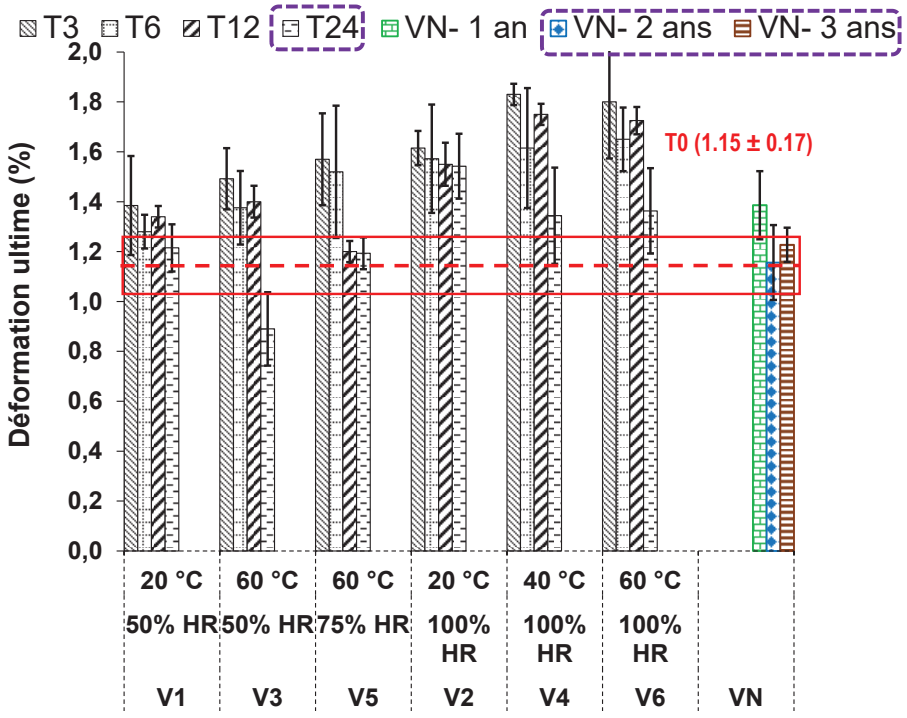
En résumé, sans immersion, le composite PRFL est sensible aux hautes températures en raison de la dégradation thermique des fibres de lin à long terme.



(a)



(b)



(c)

Figure 161 : Résultats des essais de traction réalisés dans les deux laboratoires (IFSTTAR et LMC2) sur les PRFLs vieillis : (a) effort maximal sur unité de largeur (b) rigidité R2 (c) déformation ultime

-Concernant les échantillons vieillis sous la condition V2 (20ºC, 100%HR), une réduction de 10% de l'effort maximal par unité de largeur et de 35% de la rigidité R2 est notée après 24 mois. Au contraire, la déformation ultime a augmenté de 35% à l'échéance 24 mois. Au début du vieillissement, de T0 à 6 mois, le gonflement des fibres de lin par absorption d'eau permet d'augmenter légèrement l'effort maximal grâce à une augmentation du frottement fibre/matrice (Yan et Bing, 2016) (Azwa et al, 2013) (Hristozov et al, 2016). De 12 mois à 24 mois, la dissolution des structures biologiques de cette fibre contribue non seulement à la dégradation de l'interface fibre/matrice mais aussi à l'absorption d'eau du PRFL expliquée dans le paragraphe 3.2.1 (Scida et al, 2011) (Assarar et al, 2011). La plastification de la matrice, les dégradations des fibres de lin et de cette interface s'amplifient au cours du vieillissement et les mécaniques sont alors réduites à l'échéance de 24 mois.

- Pour la condition V4 (40ºC, 100%HR), l'effort maximal par unité de largeur et la rigidité R2 ont respectivement diminué de 20% et de 25% par rapport à T0 après 24 mois de vieillissement. Une augmentation légère de 15% de la déformation ultime est obtenue à l'échéance 24 mois. En comparaison de la condition V2, l'absorption et la cinétique de la diffusion d'eau de la condition sont plus élevées (Figure 152-Tableau 38). Une plus grande diminution de l'effort maximal est observée par rapport à V2 en raison d'une dégradation plus importante des fibres de lin et de l'interface fibre/matrice dans l'eau à 40ºC (Rouch, 2018) (Yan et Bing, 2016) (Scida et al, 2011). La Figure 156 a confirmé que la matrice dans l'eau à 40ºC polymérise plus fortement que dans l'eau à 20ºC. Cette différence conduit à une grande rigidité pour V4 que pour V2.

- Lors du vieillissement V6 (60ºC, 100%HR) de 3 mois à 24 mois, le composite PRFL a perdu 35% de l'effort maximal par unité de largeur et 45% de la rigidité R2 après 24 mois. Au contraire, sa déformation ultime à 24 mois est identique à celle de V4 et supérieure de 17%

à celle de T0. Cette condition génère les plus grandes absorptions d'eau et cinétique de diffusion d'eau entre les trois conditions immergées (Figure 152-Tableau 38). Par conséquent, la plastification de la matrice, les dégradations des fibres de lin et de l'interface fibre/matrice sont plus élevées que pour V4. L'effort maximal et la rigidité R2 ont diminué drastiquement à l'échéance 24 mois. En outre, la post-réticulation de la résine bio sourcée à 60°C peut récupérer partiellement une certaine rigidité de la matrice à long terme, donc une augmentation légère de la déformation est enregistrée à 24 mois.

Pour les conditions immergées, plus l'eau est chaude, plus la dégradation du composite PRFL est rapide. A la différence des fibres de carbone, le vieillissement des fibres de lin contribue grandement au vieillissement du PRFL.

On observe différentes évolutions des propriétés mécaniques du PRFL pour le vieillissement naturel (VN) d'un an à trois ans : une stabilisation de l'effort maximal par unité de largeur, une relative augmentation de la rigidité R2 et une diminution de la déformation ultime. Malgré cela, les valeurs de ces performances restent relativement proches de celles à T0. Le caractère hydrophobe de la résine bio sourcée (Viretto et Galy, 2016) a empêché l'absorption d'eau du PRFL (Tableau 28). L'absorption d'eau des fibres de lin sous l'humidité de VN permet un gonflement des fibres naturelles qui améliore l'adhésion par frottement fibre/matrice dans les premiers temps du VN (Rouch, 2018) (Hallonet, 2016). Une faible absorption d'eau et un gonflement des fibres de lin conduisent à une stabilité de l'effort maximal pendant 3 ans de VN. La polymérisation lente de la matrice de 1 à 3 ans de VN, qui a été confirmé par une augmentation de la T_g sur Figure 156, entraine une augmentation légère de la rigidité R2 et une diminution légère de la déformation ultime.

- ***Comparaison de VN de 2 et 3 ans avec le VA de T24 mois***

Dans les travaux de Chlela (2019), les résultats de VN-1 an sont corrélés à ceux du V1 (20°C, 50%HR) à 3 mois. La présente thèse aborde la comparaison du VN de 2 ans et de celui de 3 ans avec les VA de 3 mois à 24 mois. Le Tableau 39 récapitule les facteurs d'accélération (FA) des performances mécaniques, tels que définis au paragraphe 3.1.4.1. Les résultats des vieillissements V1 à 6 mois et V3 à 24 mois (mais la notion d'accélération devient ici discutable) sont les plus proches du VN de 2 ans. Le vieillissement V1 occasionne principalement un vieillissement physique par la réticulation lente des monomères résiduels (paragraphe-1.2.2.2). Les FA sur l'effort maximal par unité de largeur et la déformation ultime sont inférieurs à 1, ils expriment que la dégradation du PRFL sous la condition VN est plus importante que le vieillissement physique à basse température de la condition V1 à 6 mois. De plus, le FA sur la rigidité R2 est supérieur à 1 et la post-réticulation de la résine bio-sourcée pour le VN à 2 ans est plus élevée que la polymérisation pour le V1 à 3 mois. La différence de la réticulation entre deux conditions a été confirmée sur la Figure 156.

Pour les VN de 3 ans, une bonne corrélation a été trouvée avec V1 à 12 mois et V3 à 6 mois. De 2 ans à 3 ans, la polymérisation de la matrice se prolonge sous la condition VN et peut être plus importante que la polymérisation lente mentionnée précédemment sous la condition V1 à 12 mois.

Tableau 39 – Facteur d'accélération du VN-2 ans de PRFL

Propriété mécanique	Condition du vieillissement	T3 mois	T6 mois	T12 mois	T24 mois
Effort maximal par unité de largeur	V1 (20°C, 50%HR)	0,86	**0,97**	0,85	**0,99**
	V3 (60°C, 50%HR)	0,78	0,83	0,86	**1,13**
	V5 (60°C, 75%HR)	0,86	**0,99**	**0,94**	1,19
	V2 (20°C,100%HR)	**0,91**	0,88	1,11	**1,10**
	V4(40°C, 100%HR)	**0,98**	**1,05**	**1,10**	1,20
	V6 (60°C,100%HR)	**1,03**	1,28	1,23	1,56
Rigidité	V1 (20°C, 50%HR)	1,15	**1,13**	**1,00**	**1,13**
	V3 (60°C, 50%HR)	**1,08**	**1,02**	**1,08**	**0,99**
	V5 (60°C, 75%HR)	1,24	1,32	1,17	1,13
	V2 (20°C,100%HR)	1,42	1,37	1,67	1,64
	V4(40°C, 100%HR)	1,71	1,65	1,74	1,47
	V6 (60°C,100%HR)	1,84	1,93	1,93	1,88
Déformation ultime	V1 (20°C, 50%HR)	*0,83*	***0,90***	*0,86*	***0,95***
	V3 (60°C, 50%HR)	*0,77*	*0,84*	*0,83*	***1,30***
	V5 (60°C, 75%HR)	*0,74*	*0,76*	***0,96***	***0,97***
	V2 (20°C,100%HR)	*0,72*	*0,74*	*0,75*	*0,75*
	V4(40°C, 100%HR)	*0,63*	*0,72*	*0,66*	*0,86*
	V6 (60°C,100%HR)	*0,64*	*0,70*	*0,67*	*0,85*

Tableau 40 – Facteur d'accélération du VN- 3 ans de PRFL

Propriété mécanique	Condition du vieillissement	T3 mois	T6 mois	T12 mois	T24 mois
Effort maximal par unité de largeur	V1 (20°C, 50%HR)	**0,91**	**1,03**	**0,91**	**1,06**
	V3 (60°C, 50%HR)	0,83	**0,89**	**0,92**	1,20
	V5 (60°C, 75%HR)	**0,91**	**1,05**	**1,00**	1,27
	V2 (20°C,100%HR)	**0,97**	**0,94**	1,18	1,17
	V4(40°C, 100%HR)	**1,05**	1,12	1,17	1,28
	V6 (60°C,100%HR)	**1,10**	1,37	1,31	1,66
Rigidité	V1 (20°C, 50%HR)	1,18	1,16	**1,02**	1,16
	V3 (60°C, 50%HR)	**1,10**	**1,04**	**1,10**	**1,02**
	V5 (60°C, 75%HR)	1,27	1,36	1,20	1,16
	V2 (20°C,100%HR)	1,46	1,40	1,71	1,68
	V4(40°C, 100%HR)	1,75	1,69	1,79	1,51
	V6 (60°C,100%HR)	1,89	1,98	1,98	1,93
Déformation ultime	V1 (20°C, 50%HR)	*0,89*	***0,96***	***0,92***	***1,01***
	V3 (60°C, 50%HR)	*0,82*	***0,89***	*0,88*	*1,38*
	V5 (60°C, 75%HR)	*0,78*	*0,81*	***1,02***	***1,03***
	V2 (20°C,100%HR)	*0,76*	*0,78*	*0,79*	*0,80*
	V4(40°C, 100%HR)	*0,67*	*0,76*	*0,70*	***0,91***
	V6 (60°C,100%HR)	*0,68*	*0,74*	*0,71*	***0,90***

D'un an à 3 ans, les changements des propriétés mécaniques du PRFL exposé au VN sont cohérents avec les modifications de ses performances de 3 mois à 6 mois du vieillissement

V1. On peut conclure qu'il existe une phase de consolidation du composite PRFL pendant les 3 ans de VN.

3.2.4.2. Résultats du vieillissement à court terme

- ***Observation des changements de modes de rupture***

La Figure 162 présente les évolutions des modes de rupture de PRFL de T0 à T24 semaines pour les vieillissements VL et V4. L'éprouvette non vieillie et les éprouvettes exposées au vieillissement VL ont une rupture transversale dont la surface est perpendiculaire à la direction des fibres de lin. Pour les échantillons soumis au V4, les échéances de 5 semaines et 10 semaines montrent une section de rupture transversale avec un petit déchaussement de fibres à partir de la matrice. L'influence de l'absorption d'eau sur l'interface fibre/matrice est particulièrement mise en évidence pour les échéances de 16 semaines à 24 semaines où les déchaussements de fibres sont conséquents.

T0 *5 semaines-V4* *10 semaines-V4*

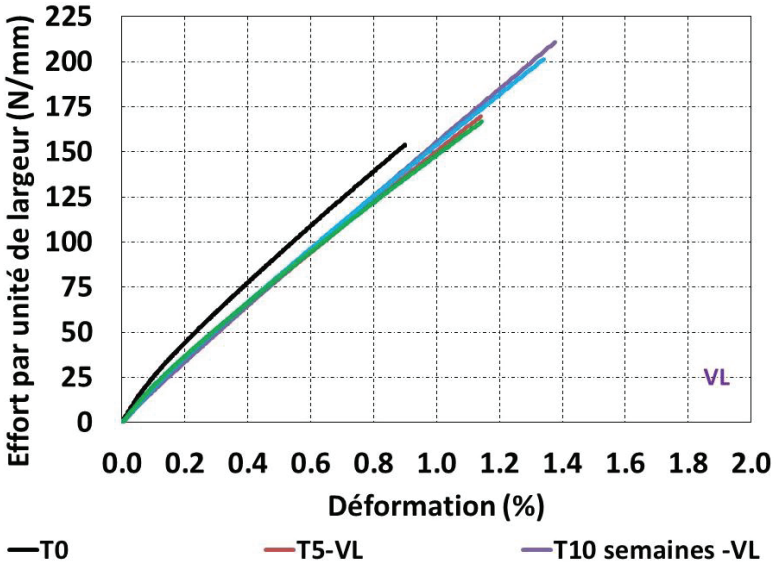
5-24 semaines-VL *16 semaines-V4* *24 semaines-V4*

Figure 162: Evolution des modes de rupture de PRFL pour les vieillissements V4 et VL

- ***Observation des changements du comportement de PRFL***

L'échantillon de référence non vieilli (T0) présente un comportement bi-linéaire avec un changement de rigidité à 0,1% de déformation (Figure 163a). En référence au paragraphe 1.2.5.2, ce changement de rigidité marque le commencement de la réorientation des micro fibrilles de Cellulose pour la couche S2 de la fibre de lin (Figure 9). Sous la condition VL, le comportement du PRFL ne présente pas un changement significatif de 5 semaines à 24 semaines par rapport à celui de T0.

(a)



(b)

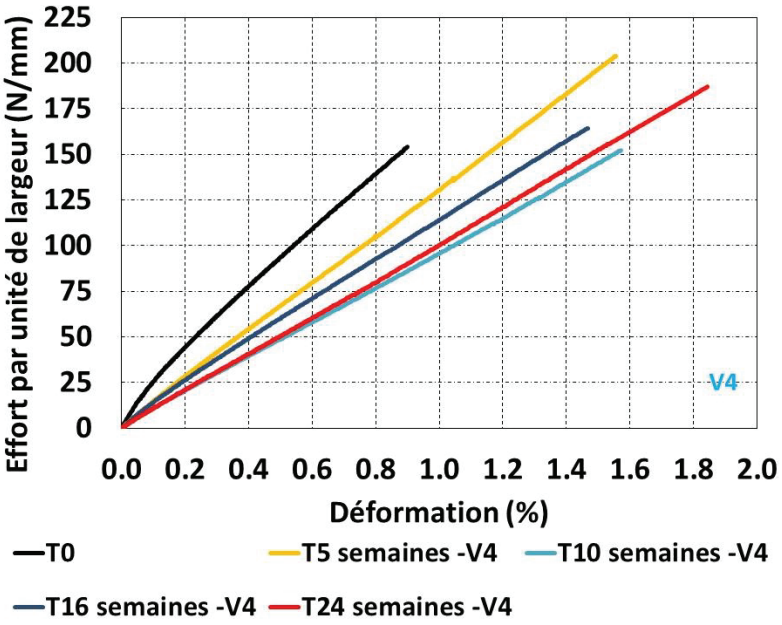


Figure 163: Evolution des comportements de PRFL pour le vieillissement : VL (a) et V4 (b)

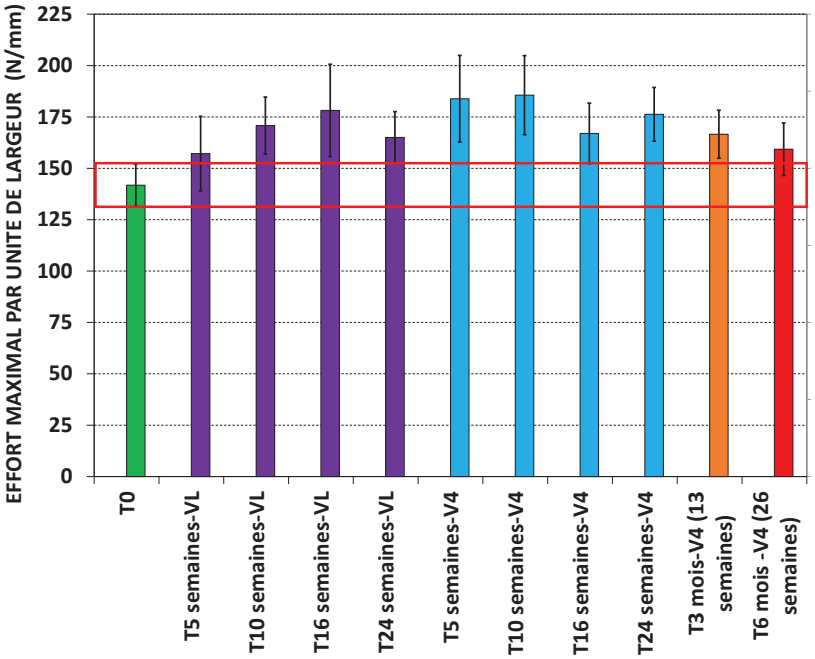
Dans le cas du vieillissement V4, les échantillons de 5 semaines à 24 semaines montrent un comportement quasi-linéaire par rapport au comportement non linéaire de T0. La diffusion de l'eau à partir de la surface de PRFL et le transport capillaire de l'eau au sein du lumen de la fibre de lin provoquent le vieillissement des fibres de lin et de l'interface fibre/matrice. Le vieillissement de fibres de lin par l'absorption d'eau conduit à la réorientation précoce des micro-fibrilles de la couche S2 (Scida et al, 2011) (Assarar et al, 2011).

- ***Analyse des propriétés mécaniques entre VL et V4***

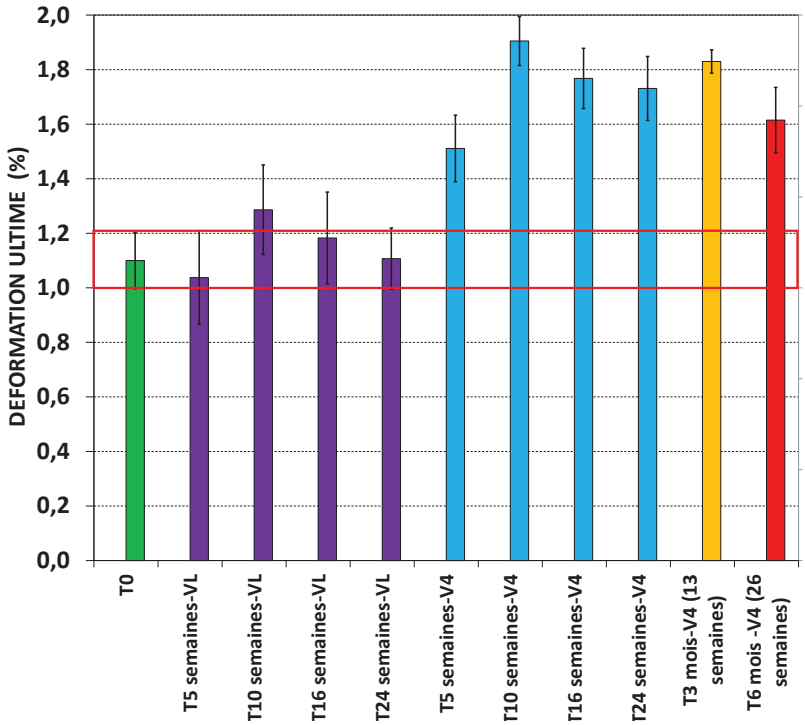
La Figure 164 présente les évolutions des performances mécaniques des PRFL exposés aux vieillissements VL et V4 de 5 semaines à 24 semaines. Les résultats du vieillissement V4 de T3 mois (13 semaines) et de T6 mois (26 semaines) sont ajoutés pour enrichir l'analyse. Pour les échantillons soumis au VL, une légère augmentation de l'effort maximal par unité de largeur est observée tandis que les deux rigidités R1, R2 et la déformation ultime sont légèrement plus faibles que celles à T0. La résine bio sourcée voit sa résistance en traction diminuer donc, c'est l'amélioration de la cohésion fibre/matrice mentionnée dans le paragraphe

précédent qui explique ici l'accroissement de cet effort. En comparaison des résultats de la résine bio sourcée (Figure 158), les rigidités R1 et R2 du PRFL sous la condition VL sont légèrement plus faibles après 24 semaines. Hallonet (2016), Campana (2018), Rouch (2018) ont proposé que la réorientation des micros-fibrilles de la fibre de lin au cours d'un essai de traction contribuait à une modification du comportement d'un PRFL par rapport à celui d'une résine pure. La relaxation structurale de la résine bio sourcée à température ambiante (paragraphe 1.2.2.2) peut affecter cette réorientation et modifier le comportement du PRFL (Figure 163a) en diminuant sa rigidité. La déformation ultime reste la même de T0 à 24 semaines. Ce résultat est en cohérence avec la stabilisation observée de la déformation ultime de la résine pure.

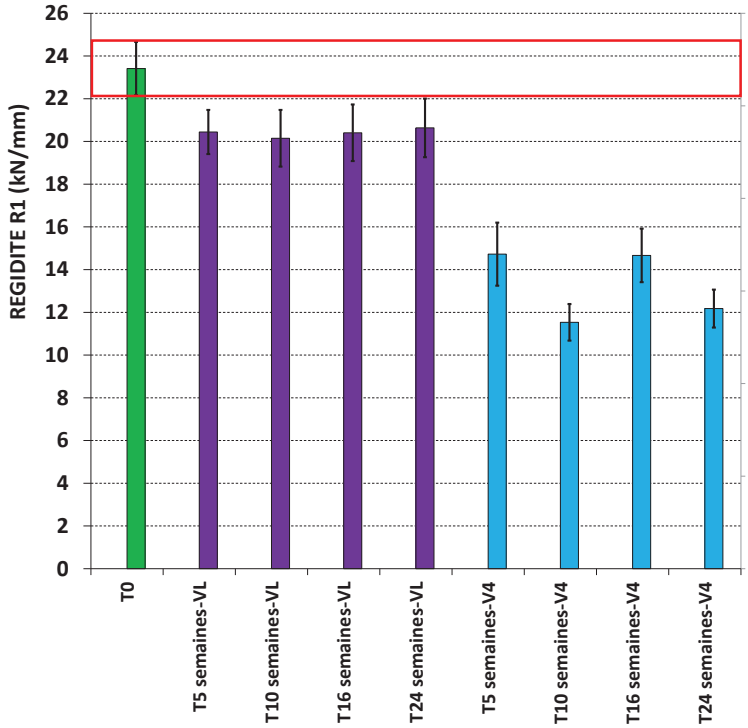
(a)



(b)



(c)



(d)

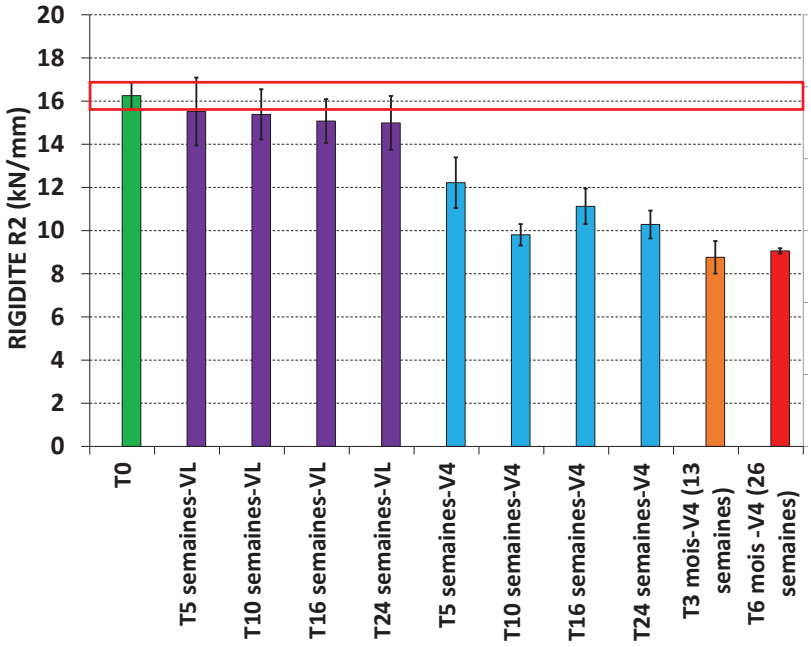


Figure 164: Evolution des propriétés mécaniques de PRFL pour le vieillissement V4 et VL : (a) effort par unité de largeur (b) déformation ultime (c) rigidité R1 (d) rigidité R2

Pour le vieillissement V4, une augmentation significative de l'effort maximal par unité de largeur est observée de 5 semaines à 24 semaines. Le paragraphe 3.2.3 confirme que les performances mécaniques de la matrice ne sont pas influencées par l'eau à 40°C. De plus, la Figure 151 montre que la sorption d'eau de PRFL est globalement associée à l'absorption d'eau des fibres de lin. L'adhésion fibre/matrice est améliorée par l'augmentation du frottement fibre/matrice mentionnée ci-dessus au début du vieillissement (Rouch, 2018) (Yan et Bing, 2016) et (Nguyen D.C, 2016). Cette analyse est cohérente avec l'augmentation légère de l'effort maximal par unité de largeur de T0 à T3 mois (13 semaines) observée dans les recherches de Chlela (2019). A plus long terme, ce gonflement des fibres de lin provoque la fissuration de la matrice et l'absorption d'eau augmente (Azwa et al, 2013).

Les deux rigidités R1 et R2 des PRFL soumis à vieillissement V4 diminuent de 30% de 5 semaines à 24 semaines. L'augmentation de 35% de la déformation ultime par rapport à T0 est expliquée par la plastification de la matrice liée à la diffusion d'eau à partir de la surface d'une plaque du composite et des fibres de lin (paragraphe 3.2.4.1). Les valeurs obtenues de la rigidité R1 et R2 ou de la déformation ultime de T13 semaines et T26 semaines sont cohérentes avec leur évolution de 5 semaines à 24 semaines.

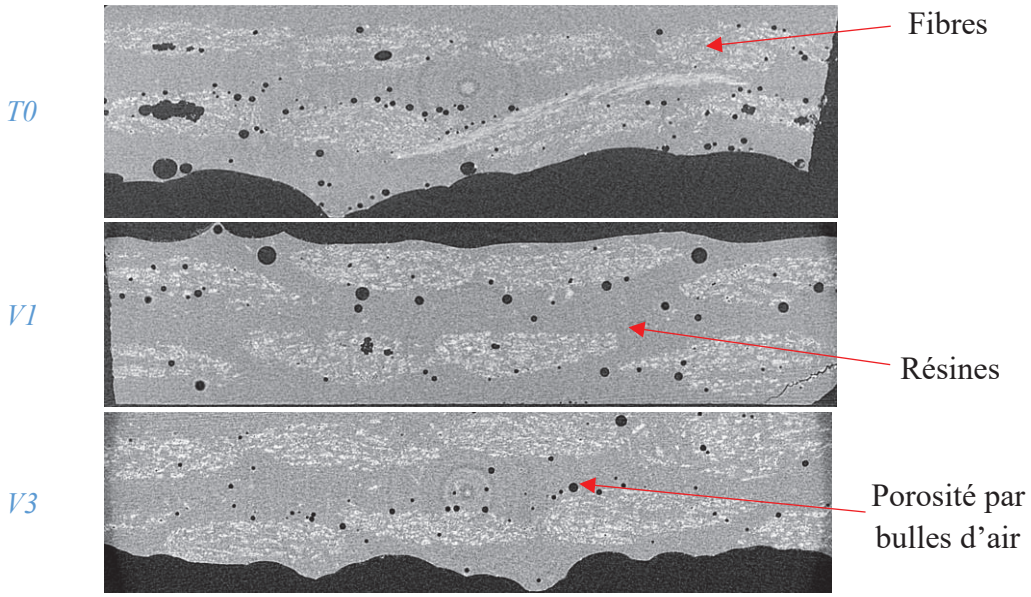
Pour conclure sur les résultats de traction du composite PRFL, après vieillissement par immersion, le PRFL passe d'un comportement non linéaire à un comportement quasi linéaire. Le PRFL évolue dans le temps par vieillissement des fibres de lin et de l'interface fibre/matrice et pas par la résine en raison du caractère hydrophobe de la résine bio-sourcée. Un gonflement des fibres de lin conduit à une amélioration importante de l'adhésion fibre/matrice au début du vieillissement. Le vieillissement sous une température élevée dégrade significativement les propriétés mécaniques du composite PRFL à cause d'une dégradation thermique des fibres de lin. L'immersion du PRFL dans l'eau à température élevée (60ºC) affaiblit le plus fortement le PRFL. En comparant les VA et VN, une cohérence entre 1 et 3 ans de VN avec 3 mois à 12 mois de V1 (20ºC, 50%HR) montre une consolidation des propriétés mécaniques du PRFL sous la condition naturelle.

3.2.4.3. Analyse des résultats de tomographie

Comme la présentation des résultats de tomographie pour le composite PRFC, ce paragraphe est divisé en deux parties : une première partie avec l'analyse des résultats des éprouvettes non rompues dans le projet ANR MICRO et une deuxième partie avec l'analyse des résultats des éprouvettes rompues à court terme.

- ***Analyses des résultats de vieillissements à long terme***

La Figure 165 présente les figures du composite PRFL testé lors de l'échéance de 24 mois de vieillissement. Des bulles d'air sont observées qualitativement, expliquant la porosité pour l'échantillon T0 (aucun vieillissement) et les éprouvettes vieillies sous une basse humidité (V1, V3 et V5). D'autre part, les conditions d'immersion (V2, V4, V6) provoquent des microfissures complémentaires.



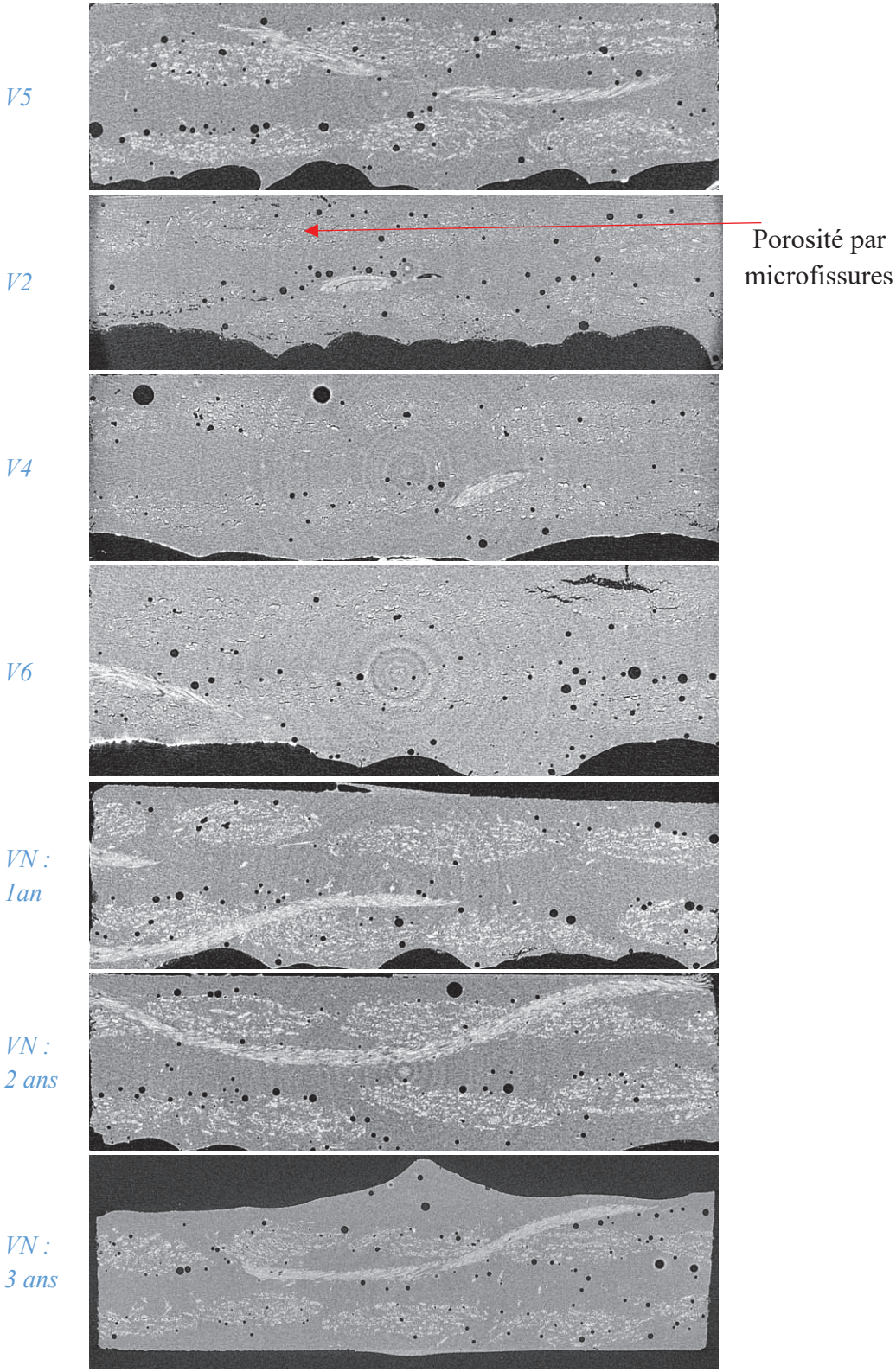


Figure 165: Clichés tomographiques du composite PRFL. Echelle : 1 pixel = 5µm

L'analyse quantitative donne une valeur similaire des porosités entre l'éprouvette T0 et l'échantillon soumis à V1 (Figure 166). Les vieillissements V3, V5 induisent une augmentation légère de porosité circulaire en raison d'une modification de la résine bio-sourcée sous la température 60ºC (Viretto et Galy, 2018) (Viretto et Galy, 2016).

Pour les vieillissements dans l'eau (V2, V4, V6), une augmentation rapide des deux types de porosité est obtenue. Le paragraphe 1.2.2.3 a confirmé que l'absorption d'eau de la

matrice et des fibres de lin induit des gonflements différents entre elles et les microfissures sont apparues à l'interface fibre/matrice et dans la matrice.

Concernant le vieillissement naturel, deux tendances opposées sont observées : une diminution des microfissures et une légère augmentation des bulles d'air. La post-réticulation de la résine bio sourcée (paragraphe 3.2.2) conduit à une fermeture des microfissures du composite PRFL. L'érosion et l'exposition des fibres de lin sur la surface du composite PRFL (paragraphe 3.1.4.3) contribuent à augmenter la porosité circulaire sous la condition VN.

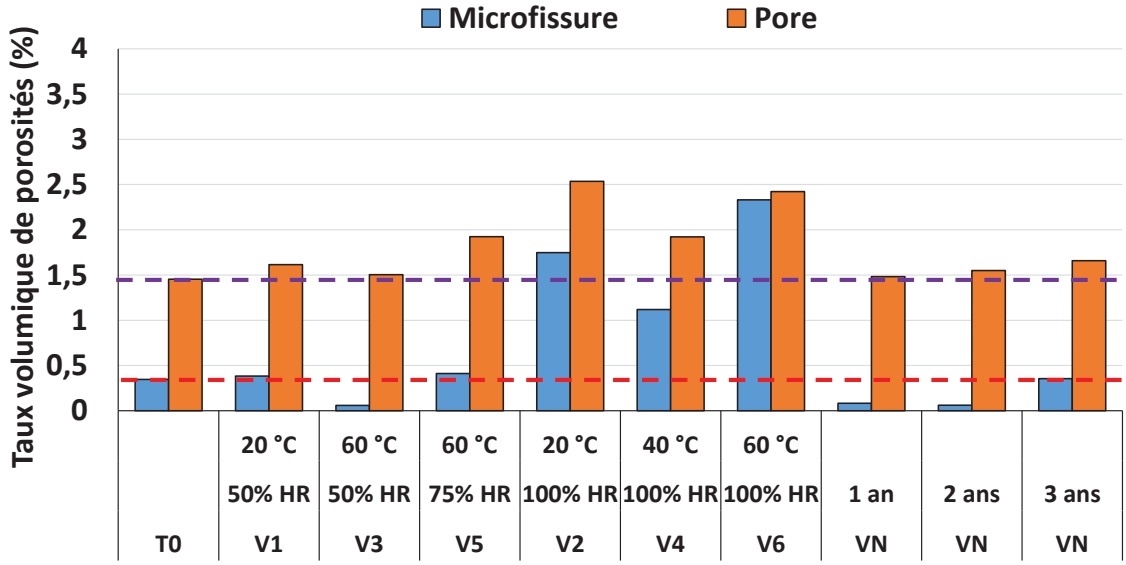
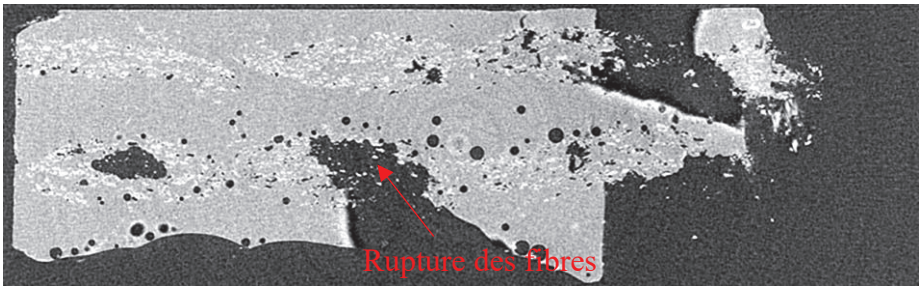


Figure 166: Evolution du taux volumique de microfissures et de pores du composite PRFL soumis aux divers vieillissements.

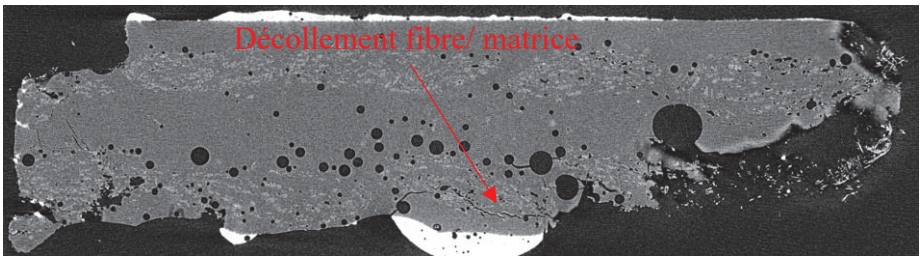
- ***Analyses des résultats des vieillissements à court terme***

Les éprouvettes rompues après un test de traction simple ont été passées au tomographe pour observer les microfissures additionnelles liées à la sollicitation en traction. Les images sont présentées sur la Figure 167 pour les éprouvettes à T0 et après 24 semaines des vieillissements VL et V4. Les ruptures de fibres et la fissuration matricielle sont observées qualitativement pour les éprouvettes à T0 et après 5 à 24 semaines de VL. Après V4, il semble que les microfissures soient plus grandes en raison d'une décohésion fibre/ matrice et d'un déchaussement fibre/matrice.

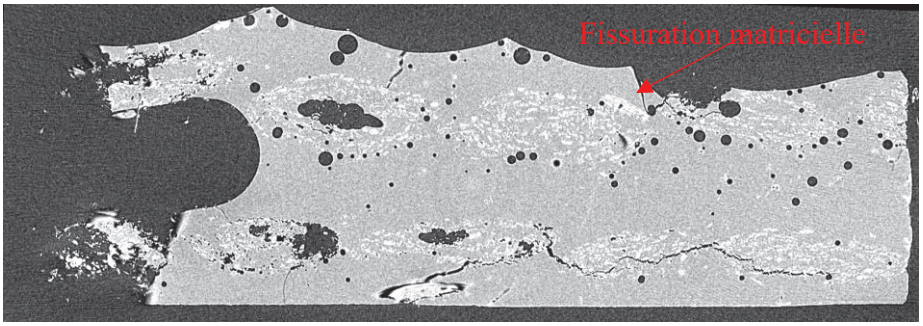
T0



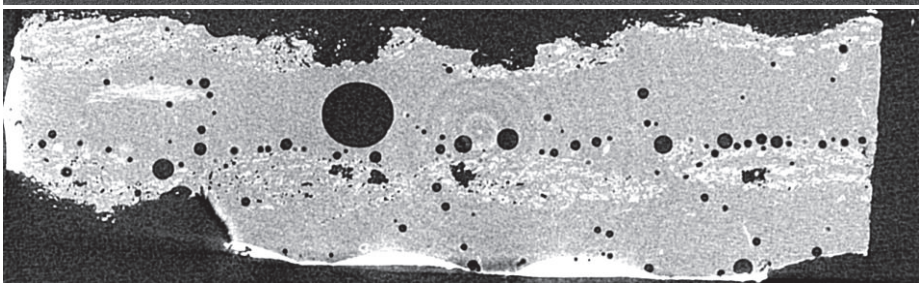
VL-T5 semaines



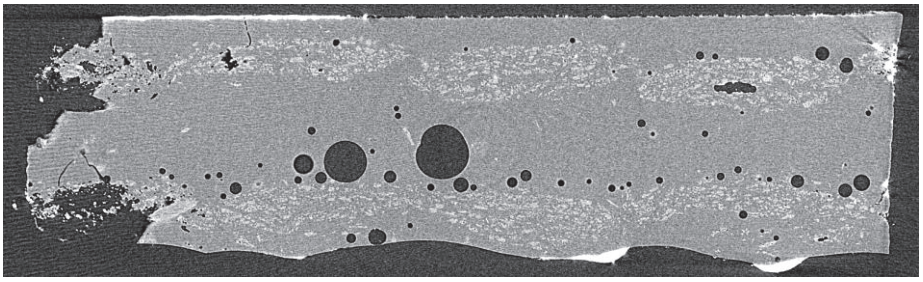
VL-T10 semaines



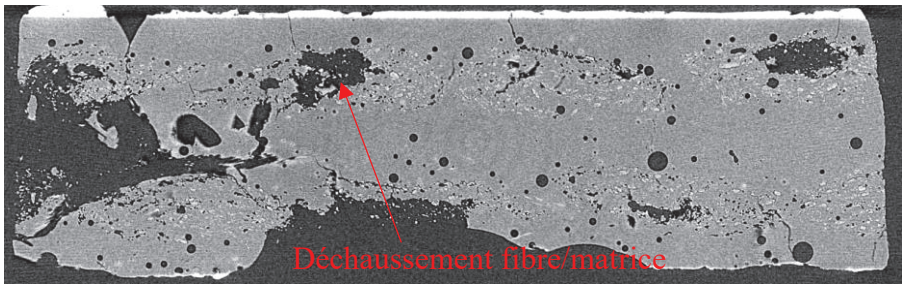
VL-T16 semaines



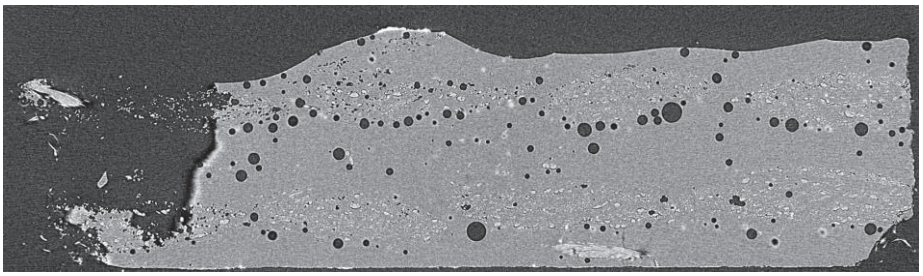
VL-T24 semaines



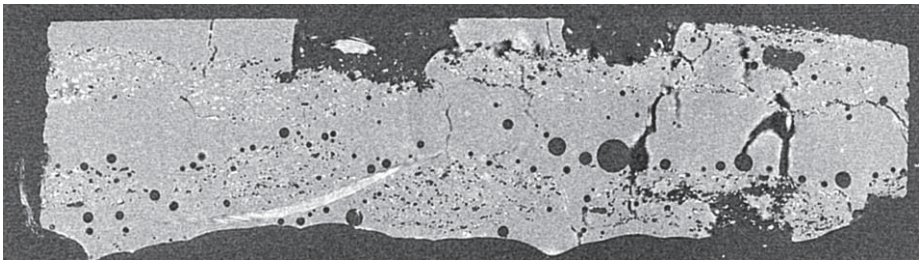
V4-T5 semaines



V4-T10 semaines



V4-T16 semaines



V4-T24 semaines

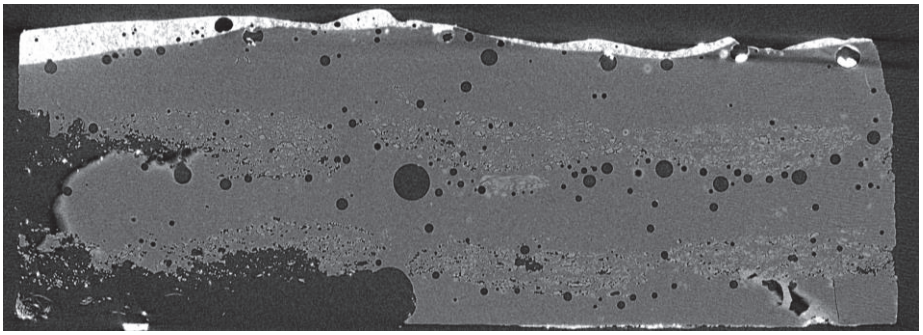


Figure 167: Clichés tomographiques du composite PRFL pour les éprouvettes rompues. Echelle : 1 pixel = 5µm

L'analyse quantitative donne des porosités similaires après vieillissement VL et à T0. En effet, la condition ambiante permet de continuer la polymérisation de la résine bio–sourcée, donc la porosité globale est stable(paragraphe 1.2.2.2). Après immersion à 40ºC (V4), une augmentation significative des deux types de porosité est obtenue. La dégradation de l'interface fibre/matrice sous la condition V4 et la décohésion et le déchaussement fibre/matrice sous une sollicitation en traction sont à l'origine de cette tendance (Rouch, 2018) (Hallonet, 2016) (Yan et Bing, 2016).

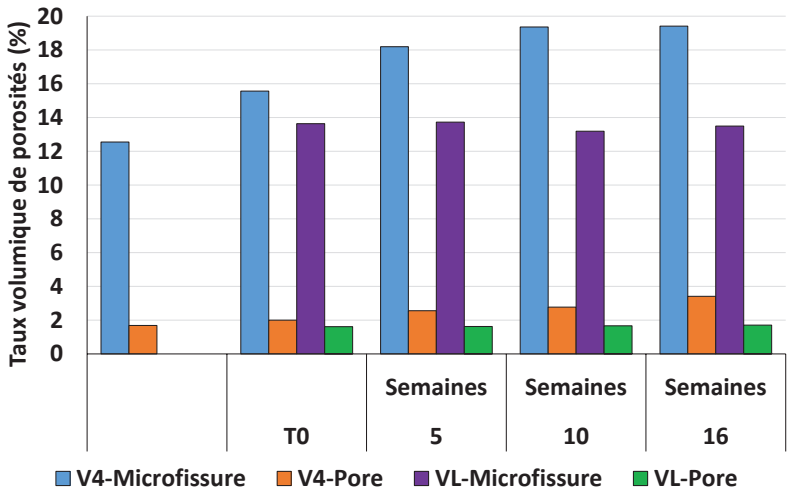


Figure 168: Evolution du taux volumique de microfissures et de porosités circulaires du composite PRFL soumis aux vieillissements VL et V4

3.2.5. Analyse des données d'émission acoustique

Ce paragraphe est consacré aux résultats d'analyse des données d'EA pour le composite PRFL exposé aux vieillissements VL et V4 pour les échéances : 5 semaines, 10 semaines, 16 semaines et 24 semaines. La démarche d'analyse est identique à celle du paragraphe 3.1.5, menée pour les composites PRFC.

3.2.5.1. Analyse des coudes des courbes d'événements cumulés

Les analyses des coudes des courbes visent à mettre en évidence des différentes influences des vieillissements V4 et VL sur l'apparition des macro dommages du PRFL.

La Figure 169 montre les positions des coudes des courbes d'événements cumulés :

- Pour l'éprouvette de T0 (aucun vieillissement) et les échantillons exposés au vieillissement VL, le nombre d'événements cumulés à la rupture est environ de 1000.

- Après vieillissement V4, le nombre d'événements cumulés à la rupture est 6 fois plus important. La première pente (ligne en couleur bleue) du vieillissement V4 est plus élevée que

celle du vieillissement VL et de l'échantillon T0. Cette différence est expliquée par l'apparition plus tôt des micro-dommages par l'absorption de l'eau à 40ºC (Azwa et al, 2013) (Scida et al, 2011) (Yan et al, 2014).

L'évolution de l'effort maximal par unité de largeur en fonction du nombre d'événements cumulés au coude est présentée sur la Figure 170. Deux tendances d'évolution sont observables : une forte augmentation des valeurs pour le vieillissement V4 par rapport à T0 et une diminution légère de ces valeurs pour les éprouvettes exposées au vieillissement VL :

- Pour le vieillissement V4, l'augmentation importante du nombre d'événements cumulés aux coudes s'observe pour les éprouvettes rompues par décohésion et décollement fibre/matrice suite à l'absorption d'eau à 40ºC (une rupture transversale avec déchaussement de fibres -Figure 162, Figure 167). En effet, la Figure 168 a confirmé une croissance des microfissures en fonction du temps de vieillissement.

-En vieillissement VL, une réduction légère du nombre d'événements cumulés aux coudes (une rupture transversale sans déchaussement de fibres -Figure 162, Figure 167) s'observe quand l'adhésion fibre/matrice est meilleure en raison d'une polymérisation lente sous la condition ambiante (paragraphe 3.2.4.2). Une stabilisation du nombre des microfissures sous vieillissement VL par rapport à T0 est obtenue après 24 semaines de vieillissement (Figure 168).

Les évolutions de l'effort par unité de largeur et de la déformation normalisés correspondant à la position des coudes sont présentées sur la Figure 171. De T0 à 5 semaines des vieillissements V4 et VL, ces performances aux coudes sont identiques et suivies par deux évolutions différentes à partir de 10 semaines:

- Les courbes du PRFL exposé à V4 de 10 à 24 semaines sont notamment inférieures à celles pour la condition VL. En effet, la dégradation de l'interface fibre/ matrice et de la plastification de la résine bio-sourcée peut provoquer une certaine rupture des fibres de lin (paragraphe 1.1.3.3). Cette rupture de fibres génère un macro dommage.

- Pour le vieillissement VL, le macroendommagement arrive plus tard que pour V4. L'amélioration de l'adhésion fibre/matrice dans la condition ambiante (VL) peut expliquer ce retard.

En résumé de ce paragraphe, ces résultats ont souligné que la dégradation de l'interface fibre/matrice et la plastification de la matrice sous la condition V4 a provoqué une apparition plus tôt des macrodommages par rapport à VL.

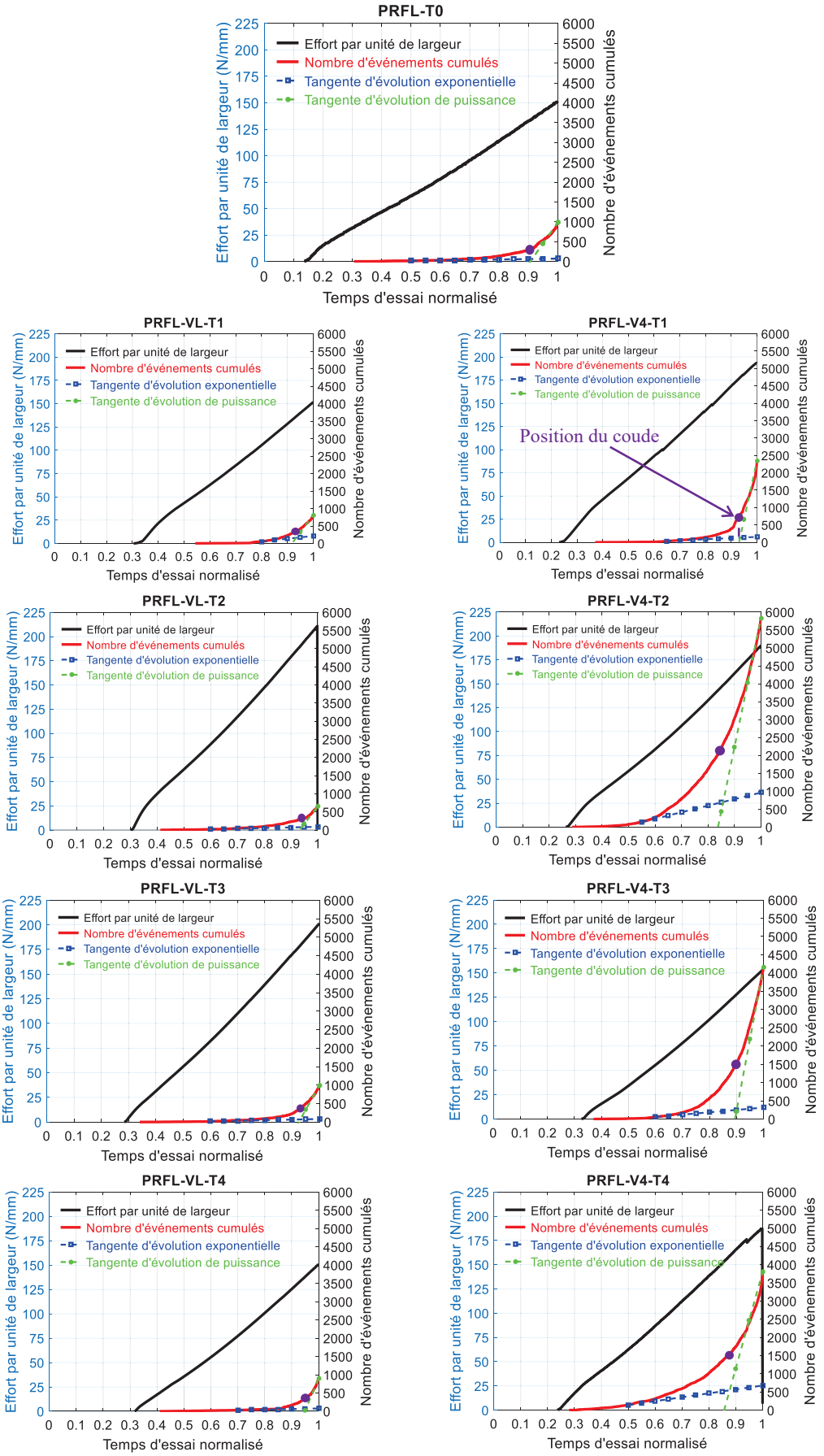
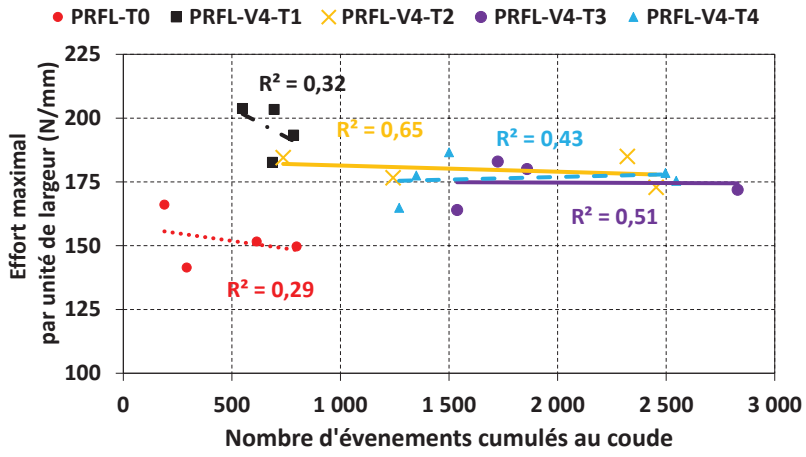


Figure 169: Détermination des coudes du composite PRFL exposé aux vieillissements V4 et VL : T1-5 semaines, T2-10 semaines, T3-16 semaines, T4- 24 semaines

(a)



(b)

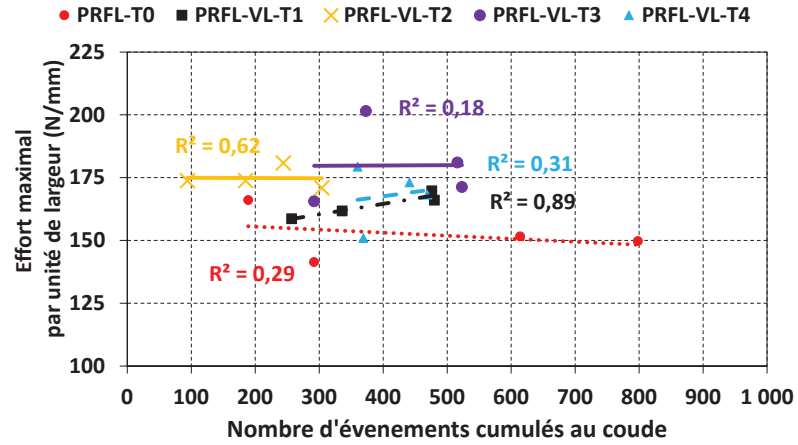


Figure 170: Corrélation entre l'effort maximal par unité de largeur avec le nombre d'événements au coude pour composite PRFL exposé aux vieillissements V4 et VL : T1-5 semaines, T2-10 semaines, T3-16 semaines, T4- 24 semaine

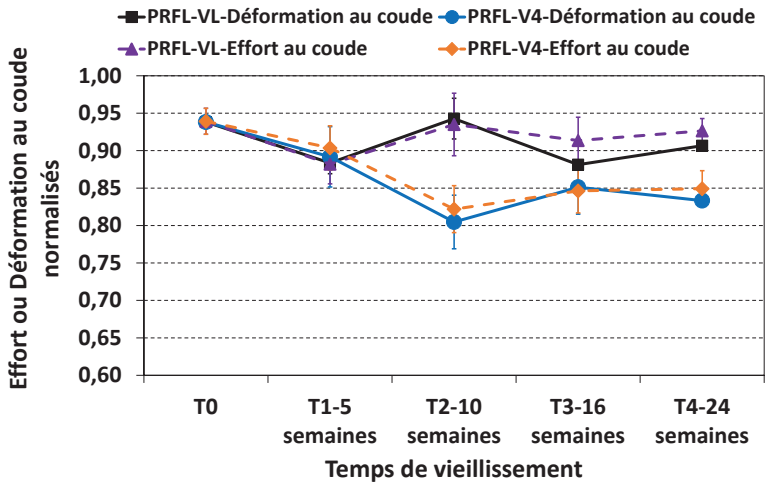


Figure 171: Evolution des caractéristiques des coudes en fonction du temps de vieillissement pour le composite PRFL.

3.2.5.2. Analyse de la fonction Sentry.

En se basant sur le paragraphe 2.3.3.2.5, la fonction Sentry du PRFL a été déterminée et représentée en corrélation avec l'évolution de l'effort par unité de largeur en fonction du temps d'essai normalisé sur la Figure 172 :

-A T0 (aucun vieillissement), la première discontinuité de la fonction Sentry se produit à 40 N/mmet la fonction Sentry présente des diminutions successives jusqu'à atteindre une

valeur de 25 à la rupture. Cette évolution de la fonction Sentry pour l'échantillon de PRFL non vieilli est cohérente avec les résultats de Monti et al (2016).

-Après 24 semaines du vieillissement V4, la première chute de la fonction Sentry est apparue à 20 N/mmet la fonction Sentry décroît progressivement jusqu'à une valeur de 27 à la rupture.

-En vieillissement VL, la fonction Sentry évolue comme pour l'éprouvette de référence (T0). La première chute brutale est apparue à 55 N/mm et la valeur de cette fonction à la rupture est également de 25, commepour T0. Une même rupture transversale sans déchaussement de fibres (Figure 162) et des propriétés mécaniques (Figure 164) et physiques (Figure 155) proches conduisent à des activités acoustiques comparables.

Globalement, l'évolution de cette fonction pour les échantillons à T0 ou vieillis sous les conditions V4 et VL ne montre pas une différence significative. Par conséquent, la modification du micro dommage à macro dommage de chaque condition devient difficile à observer.

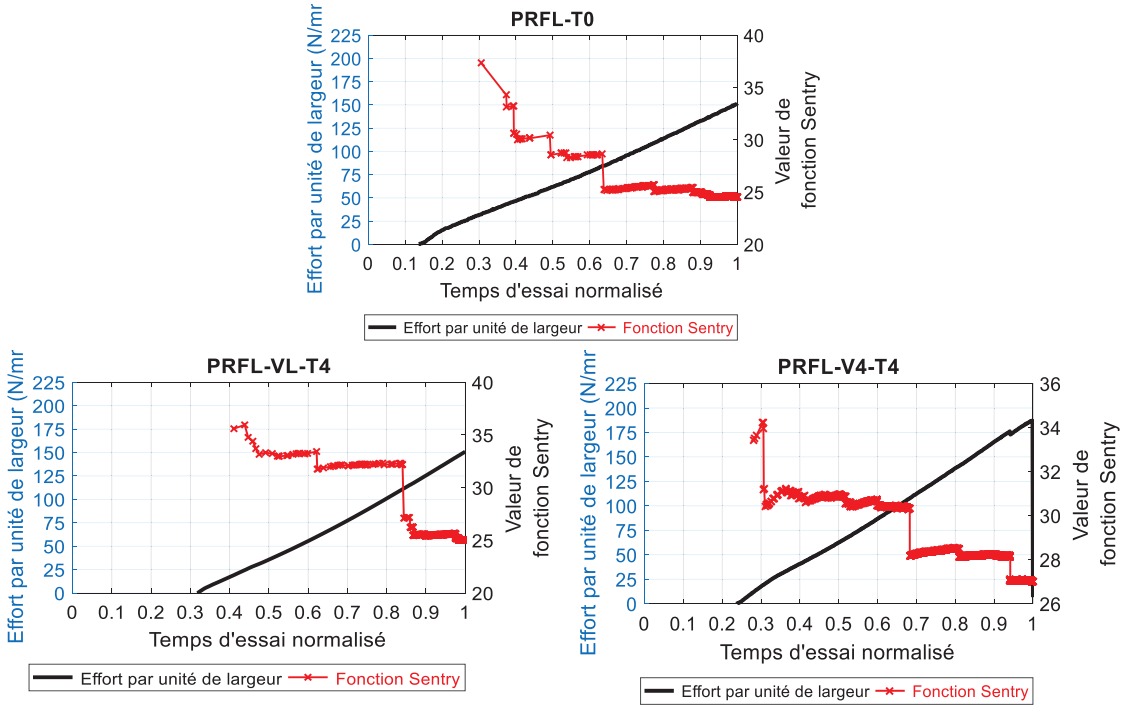


Figure 172: Evolution de la fonction Sentry du composite PRFL pour l'échantillon non vieilli et les éprouvettes exposées aux vieillissements VL et V4 à 24 semaines

3.2.5.3. Classification des modes d'endommagement

Pour ce paragraphe, les données acoustiques des PRFL à T0 et après 24 semaines des vieillissements V4 et VL ont été partitionnées par l'algorithme des K moyennes (paragraphe 2.3.3.2.5).

Les résultats de la classification pour le composite PRFL sont présentés sur Figure 173 et Figure 174 à gauche pour une éprouvette non vieillie (PRFL-T0) , à droite pour une éprouvette soumise à VL et V4 pendant 24 semaines.

En référence au paragraphe 3.1.5.3, les mécanismes d'endommagements à T0 lors de l'essai de traction simple sont discriminés en trois modes :

- Les signaux A en couleur bleue ont une basse FP de 20 à 200 kHz et une basse FPP de 50 à 250 kHz. Ces signaux sont associés avec la fissuration matricielle en se basant sur le Tableau 34.

- Les signaux B en couleur rouge présentent une FP élevée de 250 à 400 kHz et une FPP modérée de 250 à 350 kHz. Ces gammes des deux fréquences sont associées au décollement fibre/matrice (Tableau 34).

- Les signaux C en couleur noire montrent une haute FP de 300 à 700 kHz et une haute FPP de 320 à 600 kHz. Ces caractéristiques des signaux C sont liées à une rupture des fibres de lin (Tableau 34).

- Une autre représentation 2D - FPP/PP3 - a été ajoutée pour les résultats du PRFL à T0. Grâce aux attributions précédemment établies des trois modes d'endommagement, on peut proposer des caractéristiques (50 : 250 kHz /50 : 60%) pour les fissurations matricielles (Signaux A), (250 : 350 kHz /50 :60%) pour les décollements fibre/matrice (Signaux B), (300: 600 kHz /55 :90%) en lien avec la rupture des fibres de lin.

- L'apparition des modes d'endommagement se passe dans l'ordre suivant : la fissuration matricielle, le décollement fibre/matrice et la rupture de fibres. Le cumul d'énergie absolue de la fissuration matricielle est plus élevé que ceux du décollement fibre/matrice et de la rupture de fibres.

- Les courbes du nombre d'événements cumulés pour chaque mode d'endommagement présentent une plus grande valeur pour le décollement fibre/matrice (Signaux B) que pour la fissuration matricielle et la rupture des fibres de lin.

- Pour expliquer les résultats à T0, la résistance de la résine biosourcée est plus élevée (d'environ 1,5 fois) que celle de la résine TFC mais la résistance de la fibre de lin est plus faible (d'environ 9 fois) que celle de la fibre de carbone. D'abord, les meilleures performances de la résine bio sourcée peuvent générer les signaux de la fissuration matricielle à haute énergie et l'énergie enregistrée de ces signaux est alors élevée. Ensuite, les performances mécaniques assez proches entre la résine bio sourcée et la fibre de lin conduisent aux caractéristiques assez similaires entre les signaux de la fissuration matricielle et ceux du décollement ou décohésion fibre/matrice. Par conséquent, l'algorithme K-moyennes ne pourrait pas classifier distinctement les deux endommagements ci-dessus et une part des événements de la fissuration matricielle peut être regroupée dans les événements du décollement ou de la décohésion fibre/matrice.

En vieillissement VL, une même répartition et un même ordre'apparition des différents endommagements est observée par rapport à T0. Le cumul d'énergie absolue et le nombre d'événements cumulés de chaque mode d'endommagement sont similaires à ceux de T0. La même rupture transversale sans déchaussement des fibres de lin et une évolution négligeable des performances mécaniques par rapport à l'éprouvette T0 entrainent une évolution similaire de chaque mode d'endommagement.

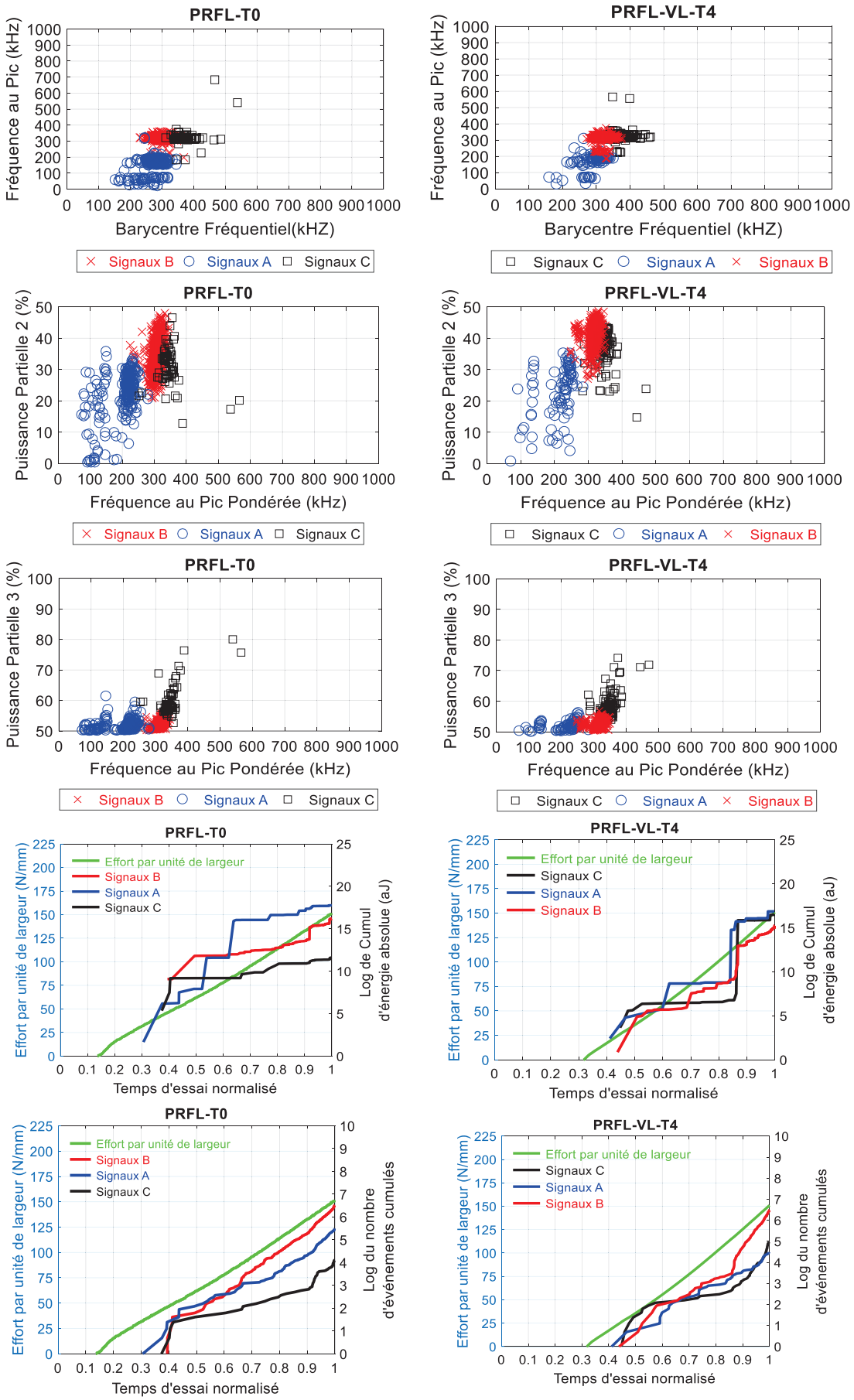


Figure 173: Résultats de la classification des modes d'endommagement du composite PRFL de référence (T0-aucun vieillissement) et du vieillissement VL à 24 semaines

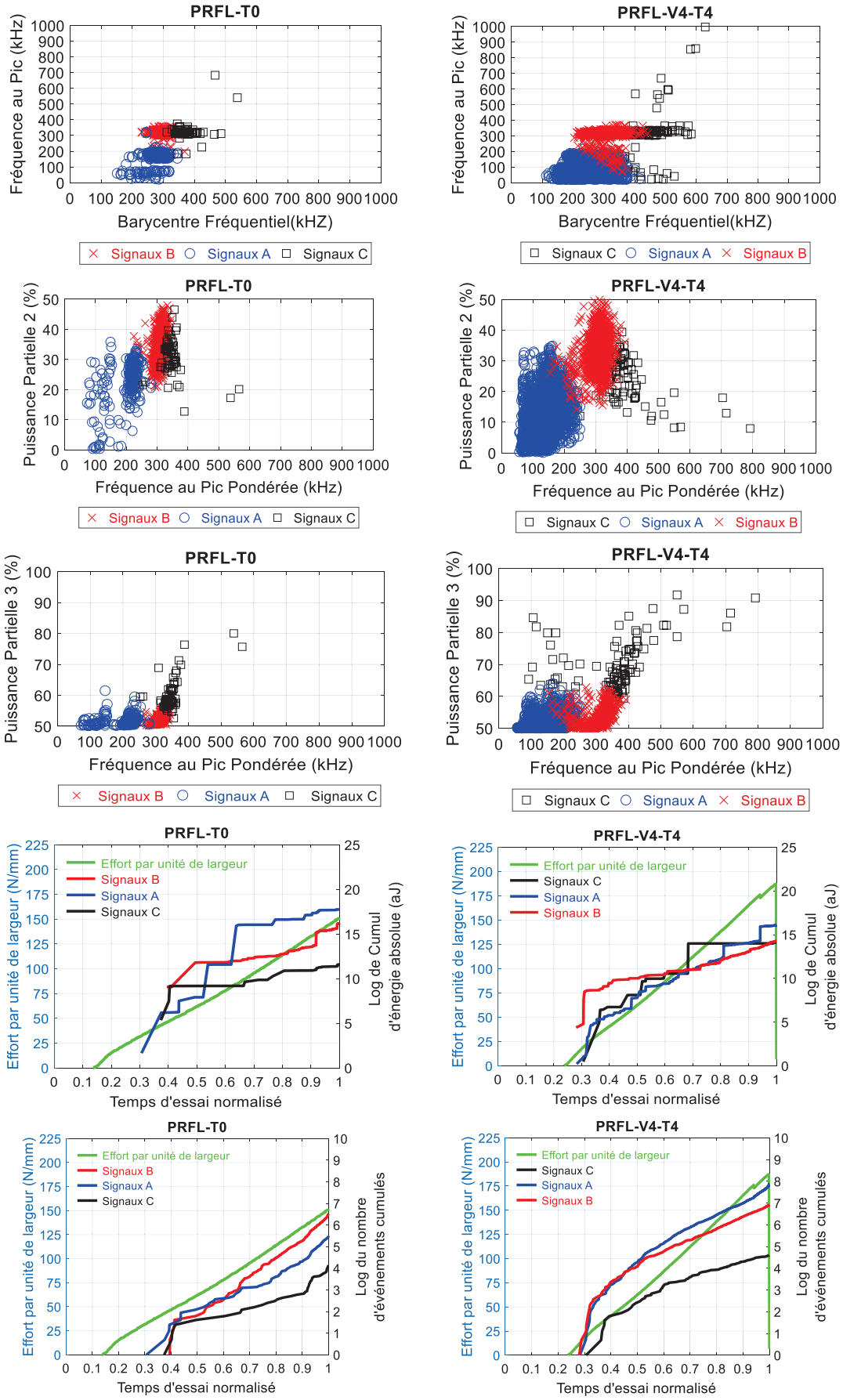


Figure 174: Résultats de la classification des modes d'endommagement du composite PRFL de référence (T0-aucun vieillissement) et du vieillissement V4 à 24 semaines

Pour le vieillissement V4 à 24 semaines:

- Les nombres de signaux associés aux trois modes d'endommagement augmentent par rapport à T0 et VL. Sur les représentations 2D, ces trois modes sont clairement séparés et répandus plus largement que ceux à T0 et VL. Il existe aussi un certain chevauchement d'une partie des signaux C (rupture de fibre aux basses FP et FPP) sur la distribution de la fissuration matricielle comme pour le PRFC. (paragraphe 3.1.5.3).

- Les trois modes d'endommagement apparaissent simultanément en début d'essai. La sorption de l'eau à 40°C provoque une plastification de la résine bio sourcée (Figure 164b), un vieillissement des fibres de lin (Yan Li, 2016) (Rouch, 2018), une dégradation de l'interface fibre/matrice (Scida et al, 2011) (Scida et al, 2013) (Assarar et al, 2011). La Figure 162 a présenté le mode de rupture du PRFL vieilli similaire à la Figure 18 (bibliographie) pour un composite à faible adhésion fibre/matrice. Après 24 semaines du vieillissement V4, une décohésion fibre/matrice et une rupture individuelle des fibres de lin peuvent être apparues avant une fissuration matricielle sous une sollicitation de traction. De plus, les résultats de l'essai de tomographie (Figure 167, Figure 168) ont mis en évidence une augmentation des microfissures à l'interface fibres de lin/matrice lors de l'essai de traction simple.

- Une inversion entre les nombres d'événements cumulés de la fissuration matricielle et du décollement fibre/matrice par rapport aux échantillons T0 et VL est obtenue. D'abord, l'augmentation des événements liés à la dégradation de la matrice provient des microfissures additionnelles sur l'interface fibre/matrice à cause du gonflement des fibres de lin au début de l'immersion (paragraphe 3.2.4.2). Ensuite, cette dégradation est accélérée grâce à une diffusion d'eau à 40°C et contribue à une croissance de la fissuration matricielle lors de l'essai de traction. La plastification du PRFL et la dégradation de l'interface fibre/matrice entrainent une décohésion fibre/matrice au au début de l'essai et un déchaussement fibre/matrice jusqu'à rupture.

3.2.5.4. Conclusion des résultats d'EA de PRFL

L'analyse des caractéristiques d'un coude du cumul d'événements a permis de discriminer une modification de micro dommages à macro dommages des éprouvettes non vieillies et vieillies sous les conditions V4 et VL. Pour l'échantillon de référence (T0- aucun vieillissement) du vieillissement VL, ce changement a été existé plus tard que les éprouvettes vieillies à V4. Ceci est lié à une modification du mode de rupture transversale sans déchaussement des fibres de lin pour échantillons T0 et vieillis sous la VL à une rupture transversale avec déchaussement des fibres de lin après 24 semaines du vieillissement V4. La modification des effort normalisé et déformation normalisée au coude des éprouvettes T0 et du vieillissement VL a été apparue plus tard que le vieillissement V4. Le retard du changement du micro dommages à macro dommages pour l'échéance T0 et le vieillissement VL peut être expliqué par une certaine similarité entre la fissuration matricielle et la décohésion fibre/matrice. L'apparition plus tôt de cette modification pour vieillissement V4 provient des dégradations de l'interface fibre/matrice et de la plastification du composite PRFL. L'analyse de la fonction Sentry montre moindre efficace pour étudier le changement des deux dommages.

La classification des modes d'endommagement du PRFL permet de suivre chaque endommagement des deux vieillissement VL et V4 à 24 semaines: une évolution assez similaire entre T0 et le vieillissement VL, une différente évolution entre le vieillissement V4 et T0 et

vieillissement VL. En vieillissement VL, la similarité entre la fissuration matricielle et la décohésion fibre/matrice expliquée précédemment entraine une évolution identique de chaque endommagement par rapport à l'éprouvette de référence T0. Au contraire, les dégradations de la matrice et de l'interface fibre/matrice sous la condition V4 conduit à une augmentation du cumul d'événements de la fissuration matricielle et du décollement fibre/matrice.

3.2.6. Résultats d'essai de flexion 3 points à courte portée

L'application de l'essai de flexion 3 points à courte portée sur les échantillons de référence non vieillis donne une valeur de résistance au cisaillement interlaminaire de 8,5 ± 0,8 MPa. La Figure 175 présente les modes de rupture d'essai de flexion 3 points. Pour les échantillons non vieillis et non immergés, une rupture en cisaillement interlaminaire est observée (Figure 175a). Une rupture en traction des fibres en partie inférieure a été obtenue pour les éprouvettes immergées (Figure 175b). Cette rupture peut être attribuée par une rupture individuelle des fibres de lin à cause d'une faible adhésion fibre/matrice sous les conditions immergées (paragraphe 3.2.5.3) et la plastification de la résine bio-sourcée. En cas du VN à 3 ans, une rupture de cisaillement interlaminaire est aussi obtenue sans la rupture axiale des fibres de lin (Figure 175c).

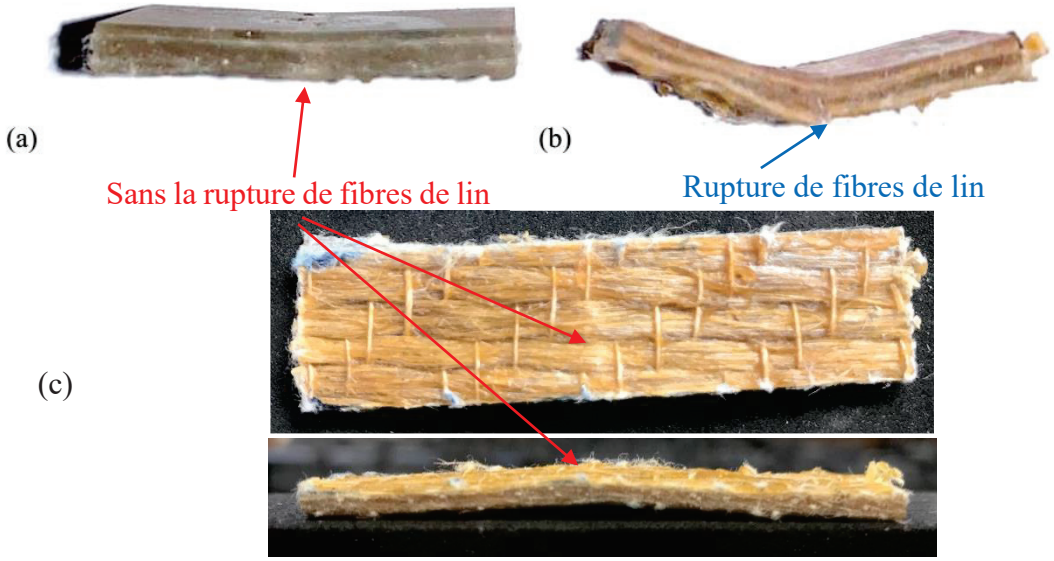


Figure 175: Modes de rupture après essai de flexion 3 points : (a) rupture d'une éprouvette non vieillie (Chlela, 2019) (b) rupture d'une éprouvette immergée dans l'eau (Chlela, 2019) (c) rupture d'un échantillon du vieillissement naturel à 3 ans

Pour les conditions à basse humidité V1 (20ºC, 50%HR) et V3 (60ºC, 50%HR), une stabilisation de la résistance au cisaillement interlaminaire autour de la valeur de T0 est observée (Figure 176). Pour le vieillissement sous une humidité modérée V5 (60ºC, 75%HR), la résistance au cisaillement interlaminaire diminue légerement à l'échéance 24 mois. L'oxydation de la matrice sous l'humidité modérée (Ernault, 2016) et la dégradation thermique des fibres de lin (Baley et al, 2012) (Campana, 2018) conduisent à dégrader l'interface fibre/matrice.

Après 24 mois d'immersion, les trois vieillissements V4, V5, V6 conduisent à une même diminution de 30 % de la résistance au cisaillement interlaminaire indépendamment de la température de l'eau (Figure 176). Cette chute de performance résulte de la grande plastification de la matrice (Figure 161c) et de la dégradation de l'interface fibre/matrice.

Pour le vieillissement naturel (VN), la résistance au cisaillement interlaminaire tend à diminuer de T0 à trois ans. L'accroissement des microfissures et des porosités circulaires au sein du PRFL exposé au VN (paragraphe 3.2.4.3) a généré cette diminution.

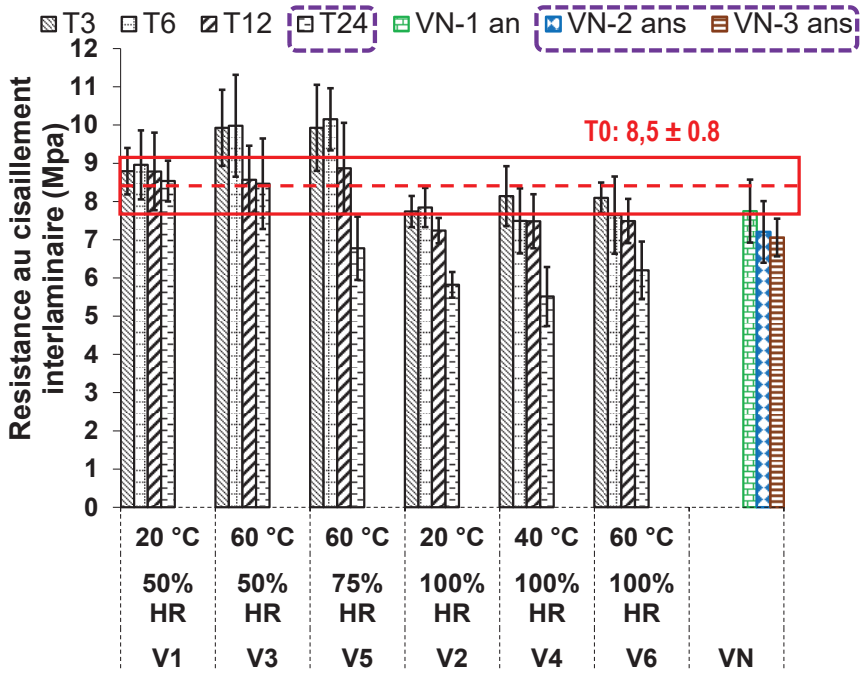


Figure 176: Evolution de la résistance au cisaillement interlaminaire de PRFL exposé aux différents vieillissement.

Dans la recherche de Chlela (2019), le résultat du VN à un an a été corrélé à celui de V2 (20ºC,100%HR) à 3 mois. Les Tableau 41 et Tableau 42 montrent les facteurs d'accélération (FA) entre les VN de 2 ans et 3 ans avec les VA de 3 mois à 24 mois. Il semble que la résistance au cisaillement interlaminaire du VN de 2 ans et 3 ans soient proches de ceux des vieillissements : V5 à 24 mois, V2 de 3 mois à 12 mois, V4 et V6 à 6 mois et 12 mois. La plupart des FA est corrélée aux conditions en immersion. Ce résultat nous informe que la dégradation de l'interface fibre/matrice est significative comme dans le cas du vieillissement en immersion.

Tableau 41 – Facteur d'accélération du VN à 2 ans

Condition du vieillissement	T3 mois	T6 mois	T12 mois	T24 mois
V1 (20ºC, 50%HR)	0,82	0,80	0,82	0,84
V3 (60ºC, 50%HR)	0,73	0,72	0,84	0,85
V5 (60ºC, 75%HR)	0,73	0,71	0,81	**1,06**
V2 (20ºC,100%HR)	**0,93**	**0,92**	**1,00**	1,24
V4 (40ºC, 00%HR)	0,89	**0,96**	**0,96**	1,31
V6 (60ºC,100%HR)	0,89	**0,94**	**0,96**	1,16

Tableau 42 – Facteur d'accélération du VN à 3 ans

Condition du vieillissement	T3 mois	T6 mois	T12 mois	T24 mois
V1 (20ºC, 50%HR)	0,80	0,79	0,80	0,83
V3 (60ºC, 50%HR)	0,71	0,71	0,82	0,83
V5 (60ºC, 75%HR)	0,71	0,70	0,80	**1,04**
V2 (20ºC,100%HR)	**0,91**	**0,90**	**0,98**	1,21
V4 (40ºC, 00%HR)	0,87	**0,94**	**0,94**	1,28
V6 (60ºC,100%HR)	0,87	**0,92**	**0,94**	1,14

En résumé de ce paragraphe, la condition de l'immersion de PRFL est une condition sévère de dégradation de l'interface fibre de lin/résine bio sourcée. Le niveau de la température de l'eau a une faible influence sur la diminution de la résistance au cisaillement interlaminaire de PRFL. Le dégré de dégradation de cette interface sous la condition VN est cohérent avec une modification des résultats de 3 mois à 12 mois du vieillissement V2. L'environnement naturel est un milieu sévérisé pour cette interface.

3.2.7. Conclusion

Les fibres de lin et l'interface fibre/matrice sont plus sensibles aux vieillissements accélérés choisis dans cette étude que la résine bio-sourcée hydrophobe (Viretto et Galy, 2018). L'immersion de PRFL dans l'eau est une condition sévère menant rapidement à une dégradation des performances mécaniques de PRFL. Par ailleurs, l'absorption d'eau pour la condition immergée se produit globalement par la sorption d'eau des fibres de lin. De plus, le gonflement des fibres de lin contribue significativement aux propriétés mécaniques d'un PRFL au premier temps de vieillissement. La condition V6 (60ºC, 100%HR) est la condition la plus sévère dans cette recherche car la température élevée accélère la cinétique de l'absorption d'eau (Verdu, 2002). En cas de vieillissement sans immersion, une température au-dessus de la T_g de la matrice induit parallèlement la post-réticulation de la résine bio-sourcée (paragraphe1.2.2.1) et la dégradation thermique des fibres de lin (Baley et al, 2012), (Campana, 2018). Le composite PRFL est moins durable pour le vieillissement en immersion ou une température élevée.

Les analyses des données EA ont permis aussi de mieux comprendre les évolutions des mécanismes d'endommagements des deux composites vieillis aux V4 et VL. Pour le vieillissement V4, une dégradation des fibres de lin et de l'interface fibre/matrice conduit à augmenter la fissuration matricielle et le décollement fibre/matrice. En VL, malgré une amélioration de l'adhésion fibre/matrice grâce à la polymérisation lente, l'évolution de chaque endommagement est assez identique par rapport à celle de l'échantillon non vieilli.

La résistance au cisaillement interlaminaire de PRFL soumis à VA est plus dégradée après immersion et la réduction ne semble pas dépendre de la température de l'eau. La décohésion interfaciale et la plastification élevée pour les conditions immergées conduisent à une chute de la résistance au cisaillement interlaminaire (Nguyen D.C, 2016) (Hong et al,2018). La durabilité de l'interface fibre de lin/résine bio sourcée est aussi faible pour une condition en immersion.

Dans le cas du VN d'un an à trois ans, la période d'exposition de PRFL à l'environnement extérieur joue un rôle important pour l'évolution des performances mécaniques. Une mise au vieillissement à la période estivale produit une post-réticulation de la

matrice et assure une bonne durabilité des performances mécaniques en traction du PRFL. La dégradation du composite PRFL sous la condition VN est cohérente à la polymérisation lente de 3 mois à 12 mois du vieillissement V1 (20ºC, 50%HR). Au contraire, l'environnement extérieur génère une faible durabilité pour l'interface fibre de lin/ résine bio-sourcée. La réduction marquée de la résistance au cisaillement interlaminaire par le VN est équivalente à celle du vieillissement V2 de 3 mois à 12 mois.

3.3. COMPARAISON DES RESULTATS ANALYSES DE DEUX COMPOSITES

Dans ce paragraphe nous comparons les résultats physico-mécaniques obtenus pour deux matériaux composites. Les différences importantes entre la durabilité des deux composites sont expliquées et analysées afin de déterminer les inconvénients et les avantages pour l'utilisation du PRFL dans le domaine de génie civil. Le premier paragraphe est consacré aux résultats à court terme tandis que les résultats à long terme sont présentés au deuxième paragraphe.

3.3.1. Comparaison des résultats obtenus à court terme

Cette partie aborde principalement les résultats des vieillissements V4 et VL des composites PRFC et PRFL sur quatre échéances : T0 (aucun vieillissement), T1-5 semaines, T2-10 semaines, T3-16 semaines et T4-24 semaines.

3.3.1.1. Résultats physiques

- ***Prise de masse***

La Figure 188 montre les comparaisons de la prise de masse entre les deux résines et les deux composites immergés à 40ºC (V4).

Concernant les résines, l'époxyde TFC absorbe plus l'eau que la bio sourcée. Sa prise de masse à l'état de quasi équilibre (W_∞ =3,358%) et son coefficient de diffusion corrigé (D_c=0,589 mm^2 /s) sont plus élevées que les valeurs de 0,789% et 0,341 mm^2 /s de la résine bio sourcée. La masse d'eau absorbée par la résine TFC, continue d'augmenter tout au long des 24 semaines de vieillissement tandis que la résine bio sourcée atteint un plateau de 1,5% dès 5 semaines (abscisse de 30). Le caractère hydrophile du prépolymère époxy de la résine époxyde TFC explique sa prise de masse élevée (paragraphe 3.1.1). A contraire, le caractère hydrophobe empêche la diffusion d'eau au sein d'une éprouvette de la résine bio sourcée (Viretto et Galy, 2016) (Viretto et Galy, 2018).

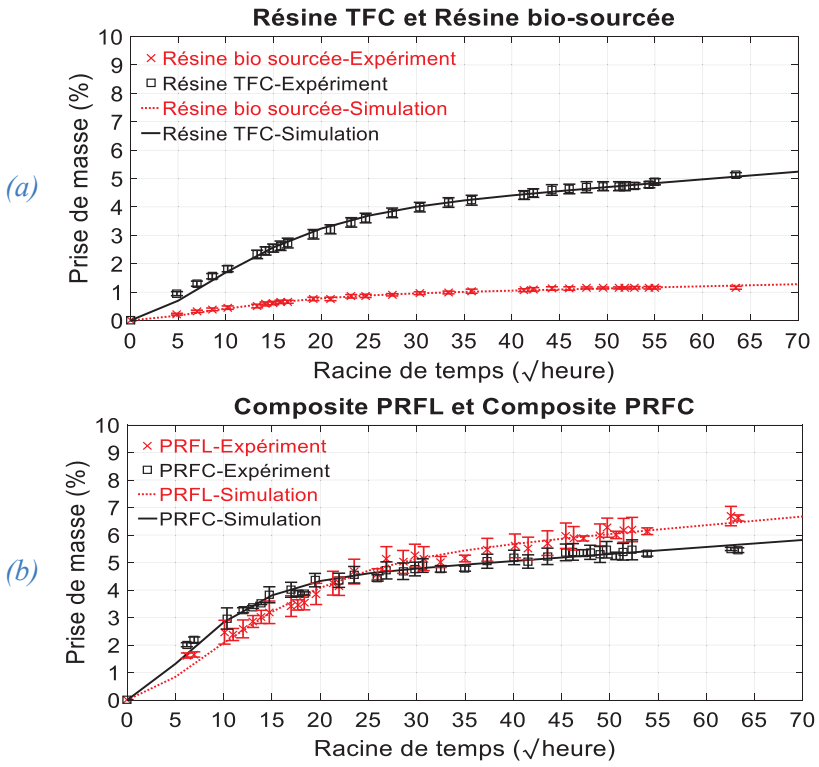


Figure 177: Comparaison de la masse d'eau absorbée : (a) Résine époxyde TFC et résine bio sourcée, (b) composite PRFC et PRFL

Pour la prise de masse des deux composites, une similarité de l'absorption d'eau est observée de 0 à 26 jours (abscisse de 25) au V4. Après 26 jours, le composite PRFL absorbe plus d'eau que le composite PRFC et les prises de masse des deux composites augmentent au cours des 24 semaines. La prise de masse à l'état de quasi équilibre du composite PRFC (W_∞ =4,033%) est plus faible que celle du composite PRFL (4,47%) mais son coefficient de diffusion corrigé (D_c=0,898 mm^2/s) est plus élevé que la valeur de 0,704 mm^2/s du composite PRFL. Ces différences sont expliquées par la pente plus grande de la première phase d'absorption quasi linéaire du composite PRFC. Malgré une faible prise de masse de la résine bio sourcée, la masse d'eau absorbée du composite PRFL est comparable à celle du composite PRFC. La sorption d'eau des fibres de lin joue donc un rôle important pour l'absorption d'eau du composite PRFL.

- ***Température de transition vitreuse***

La Figure 178 retrace les variation de la Tg des résines à T0, après VL et V4. Chaque bâtonnet d'une même couleur représente les 5 périodes de vieillissement : 5 semaines, 10 semaines, 16 semaines, 18 semaines et 24 semaines. Les éprouvettes T0 des deux résines (aucun vieillissement) donnent une valeur assez similaire de T_g. Pour le VL, il n'existe pas de modification significative des T_g pour les deux résines et les T_g restent stables en condition ambiante. Concernant le V4, la sorption de l'eau à 40°C provoque deux tendances opposées : une réduction de 25% de T_g par rapport à la valeur de référence pour la résine époxyde TFC et une augmentation de 26 % de T_g pour la résine bio sourcée. Deux tendances opposées de l'évolution T_g sont interprétées par les différents états de sorption d'eau : une grande absorption d'eau de la résine TFC conduit à une plastification du réseau de cette résine et un abaissement de T_g (paragraphe 1.2.2.3) ; une faible absorption d'eau de la résine bio sourcée permet de polymériser cette résine à 40°C donc, une augmentation de T_g est obtenue.

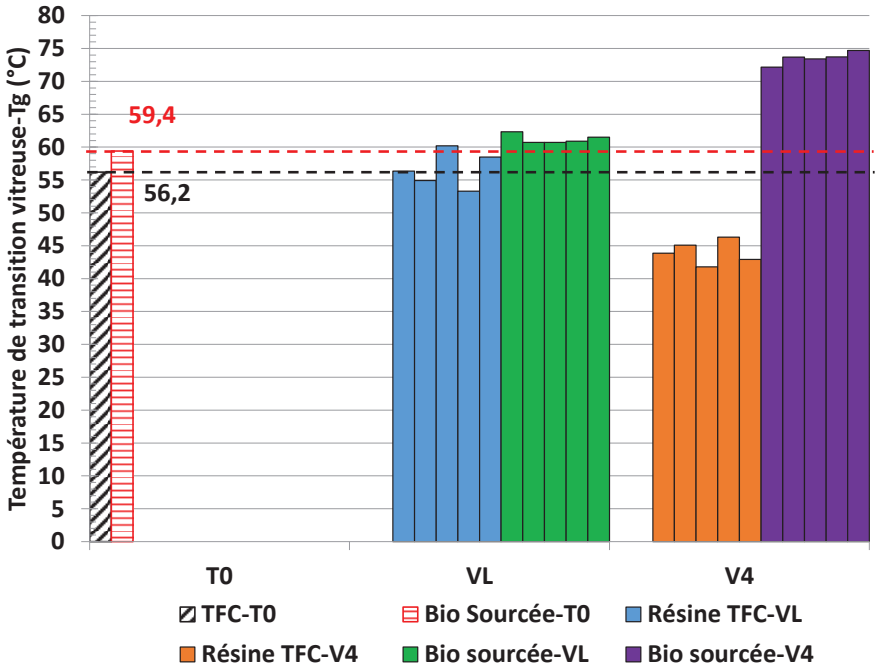
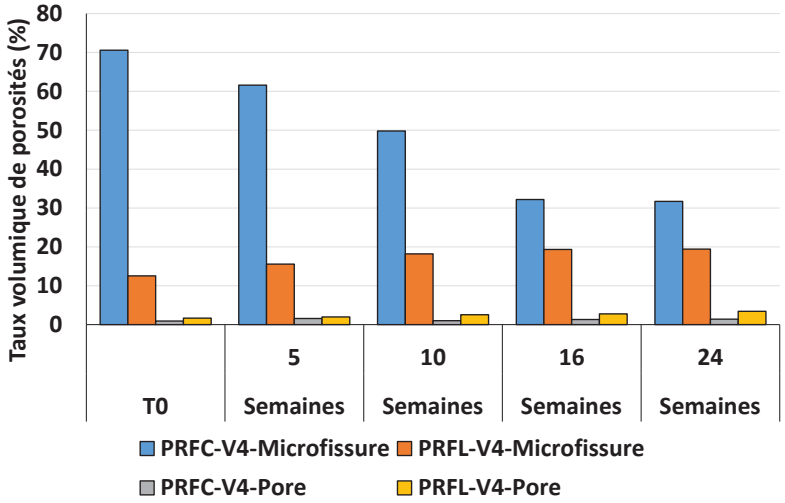


Figure 178: Comparaison de la température de transition vitreuse de deux matrices exposées aux vieillissements VL et V4

- ***Résultats de l'essai de tomographie***

Après un essai de traction simple, l'évolution de microfissures devient la principale différence entre les deux composites (Figure 179). Après V4, le taux volumique de microfissures diminue pour le composite PRFC tandis qu'il augmente pour le composite PRFL. Ces tendances opposées sont liées aux modes de rupture différents : une rupture explosive sur une grande longueur à T0 et une rupture transversale sans délaminage du composite PRFC à 24 semaines (Figure 142) ; une rupture transversale sans déchaussement de fibres de lin (T0) et une rupture transversale avec un grand nombre de fibres de lin déchaussées (Figure 167).

(a)



(b)

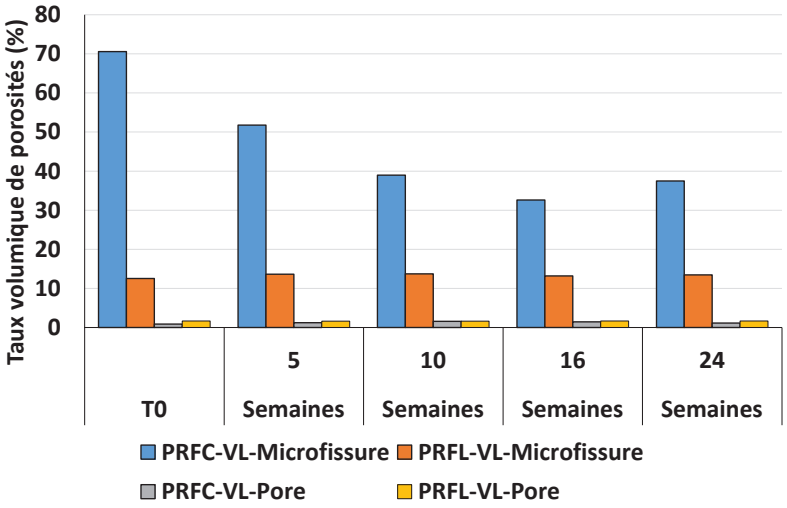


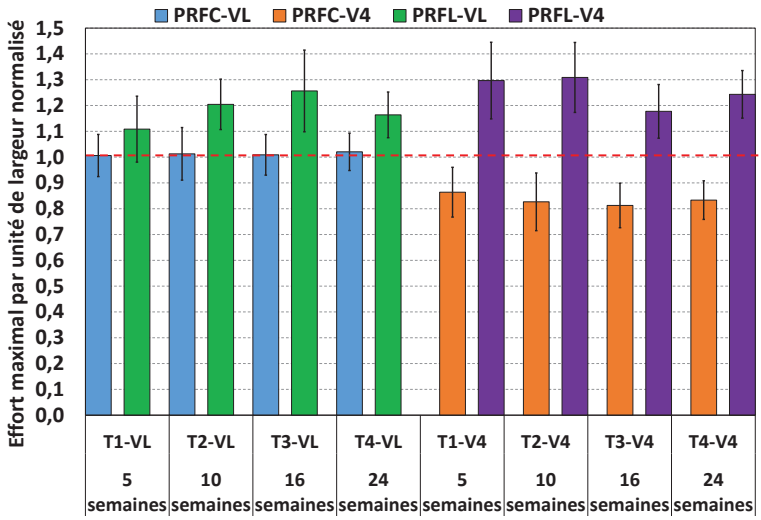
Figure 179: Comparaison des taux volumiques de porosités entre deux composites: (a) Résultats du vieillissement V4, (b) Résultats du vieillissement VL

Après vieillissement VL, une stabilisation du taux volumique des microfissures du composite PRFL est observée en raison d'une préservation d'un même mode de rupture transversale sans déchaussement de fibres (Figure 167). Il semble que la diminution du taux volumique de microfissures du composite PRFC est lié au passage à un mode de rupture transversale (Figure 142).

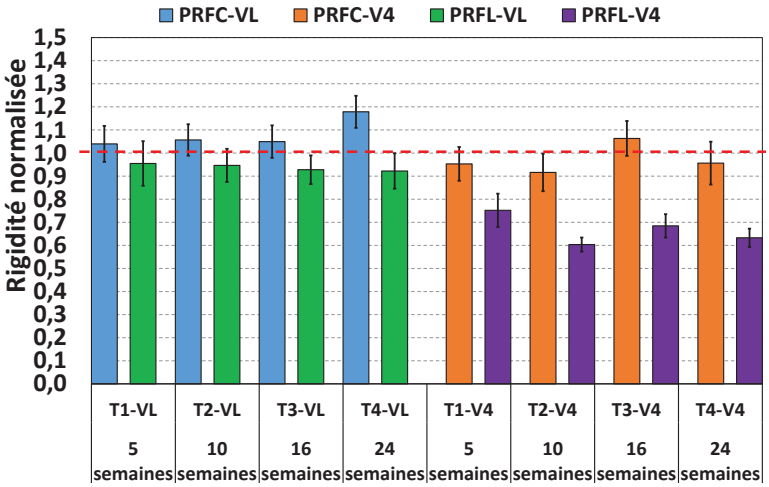
3.3.1.2. Résultats mécaniques

Les paramètres mécaniques des deux composites ayant des ordres de grandeur différents, une normalisation par rapport aux valeurs de T0 de chaque composite est nécessaire pour faciliter les comparaisons (Figure 180). Chaque bâtonnet d'une même couleur sur ces graphes représente les performances mécaniques normalisées d'un composite exposé à une condition de vieillissement pour 4 périodes : 5 semaines, 10 semaines, 16 semaines et 24 semaines.

(a)



(b)



(c)

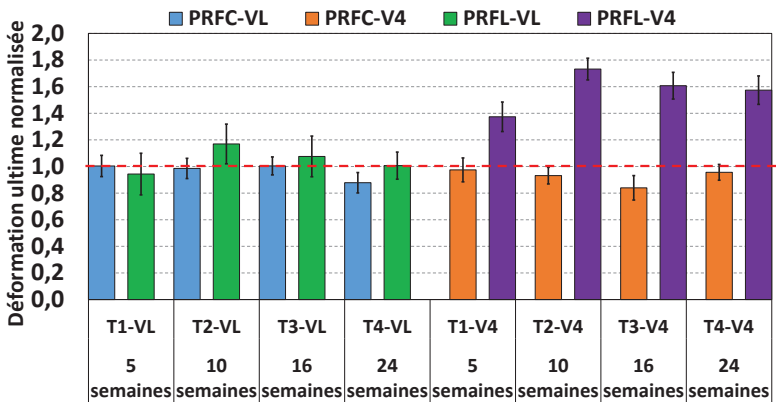


Figure 180: Comparaison des propriétés mécaniques entre le composite PRFC et le composite PRFL exposés aux vieillissements V4 et VL

L'effort maximal par unité de largeur pour le composite PRFC est relativement stable pour le VL et chute de 16% après 24 semaines du V4. Pour le composite PRFL, une augmentation moyenne de 20% est enregistrée pour les deux vieillissements V4 et VL. La polymérisation de la résine bio sourcée à l'ambiante (VL) permet d'améliorer l'adhésion fibre de lin/matrice du composite PRFL (paragraphe 1.2.2.2). La rigidité normalisée du composite PRFC est globalement stable, hormis une amélioration légère de 18% à 24 mois du VL. Pour la condition de V4, il semble que deux phénomènes contraires coexistent : une plastification du réseau de la résine TFC induit un ramollissement, une post-réticulation lente de cette résine grâce à la température 40°C provoque un gain de rigidité. Le vieillissement physique du VL par la relaxation structurale (paragraphe 1.2.2.2) conduit à une réduction légère de la rigidité R2 du

composite PRFL. L'immersion du composite PRFL dans l'eau à 40°C produit une forte diminution (de 35%) de la rigidité R2 après 24 mois de vieillissement. Les microfissures dans la matrice à l'interface fibre de lin/matrice formées par le gonflement différent entre la fibre de lin et la matrice, permettent le passage de molécules d'eau et alors une certaine plastification de la matrice (Azwa et al, 2013) (Yan et al, 2014) entrainant la forte augmentation de 60% de la déformation ultime du composite PRFL exposé au vieillissement V4 (Figure 180). Par ailleurs, la déformation ultime ne varie pas au cours du VL, quel que soit le composite.

3.3.1.3. Résultats de la mesure d'émission acoustique

Ce paragraphe aborde successivement les similarités et les différences des résultats obtenus pour deux composites PRFC et PRFL

- ***Similarités entre PRFC et PRFL***

Les répartitions de chaque mode d'endommagement grâce à la représentation 2D des corrélations FC/FP, PP2/FPP, PP3/FPP sont assez identiques pour les deux matériaux en se basant sur les caractéristiques de chaque type d'endommagement du Tableau 34.

Les algorithmes de classification ont permis de discriminer les différentes influences des deux vieillissements VL et V4 à 24 semaines sur les trois modes d'endommagement : une évolution équivalente de ces modes entre les résultats de l'échéance T0 et du vieillissement VL, une augmentation de la rupture des fibres individuelles et des dégradations de la matrice et de l'interface fibre/matrice après V4.

- ***Différences entre PRFC et PRFL***

La première différence entre les deux composites est le nombre d'événements total et le nombre d'événements pour chaque mode d'endommagement. Le PRFC provoque un plus grand nombre d'événements que le PRFL. Un très faible diamètre de la fibre de carbone par rapport à la fibre de lin génère plus d'interface fibre/matrice pour le PRFC que pour le PRFL.

La position du coude pour l'analyse du PRFC vieilli à V4 a tendance à augmenter vers des plus grandes déformations ou des efforts par unité de largeur par rapport aux échantillons T0 et vieillis à VL. Au contraire, une diminution de ces performances est notée pour PRFL.

3.3.2. Comparaison des résultats à long terme

Ce paragraphe est consacré principalement aux résultats de six conditions du vieillissement accéléré (VA) à l'échéance 24 mois et du vieillissement naturel (VN) de 2 ans à 3 ans.

3.3.2.1. Résultats physiques

- ***Prise de masse***

Dans le cas des échantillons exposés au vieillissement V5 (60°C, 75%HR), la prise de masse de PRFL a une augmentation légère mais plus faible que 1,5% tandis que le PRFC atteint une valeur de 1% de la prise de masse à 24 mois. L'humidité modérée de 75%HR ne provoque pas une forte augmentation de la prise de masse même si le niveau de la température de cette condition est supérieur à la T_g des deux composites.

Les conditions immergées montrent différentes évolutions de la prise de masse entre les deux composites en fonction de la température d'eau :

- En cas du vieillissement V2 (20°C, 100%HR), la première phase quasi linéaire de diffusion d'eau est assez similaire pour les deux composites mais le composite PRFC absorbe plus d'eau que le composite PRFL pour la deuxième phase de diffusion sans plateau de

saturation (Figure 181a). La différence de la deuxième phase est interprétée par une plus grande valeur du paramètre k de 7,5.10^{-5} (1/√s) pour le composite PRFC par rapport à 4,78.10^{-5} (1/√s) du composite PRFL(Tableau 31-Tableau 38). Ce paramètre représente le degré de relaxation du réseau de polymère et l'apparition de pores et de fissures additionnelles durant la deuxième phase de diffusion.

- La condition V4 (40ºC, 100%HR) conduit à des évolutions similaires de la sorption d'eau entre les deux composite (Figure 181b). Pour la première phase quasi linéaire de diffusion d'eau, une faible différence du coefficient de diffusion corrigé (D_c) est obtenue pour deux matériaux : 0,821.10^{-6} mm^2/s du PRFC et 0,739 10^{-6} mm^2/s du PRFL. Dans la deuxième phase de diffusion, le paramètre k du PRFC (19,97.10-5 1/√s) est deux fois plus grand que celui (9,58 .10-5 1/√s) du PRFL. La similarité de l'absorption d'eau est expliquée par 2 différentes caractéristiques des composites immergés: une forte relaxation du réseau de la résine TFC mentionnée ci-dessus pour les PRFC, une sorption importante des fibres de lin et les microfissures additionnelles en raison du gonflement de ces fibres pour le PRFL.

- Pour le vieillissement V6 (60ºC, 100%HR), la température de l'eau est supérieure aux T_g des deux composites, donc la sorption d'eau maximale est enregistrée pour cette condition en raison d'une forte accélération de la cinétique de l'absorption d'eau (Figure 181d) . De 10 jours à 12 mois de vieillissement (abscisse de 15 à 93), la prise de masse du composite PRFL est plus élevée que celle du composite PRFC. Celle-ci est expliqué par une durée de la première phase de diffusion plus grande pour le PRFL que pour le PRFC. Grâce à la forte relaxation de la résine TFC, l'absorption d'eau du PRFC à 24 mois est proche de celle du PRFL.

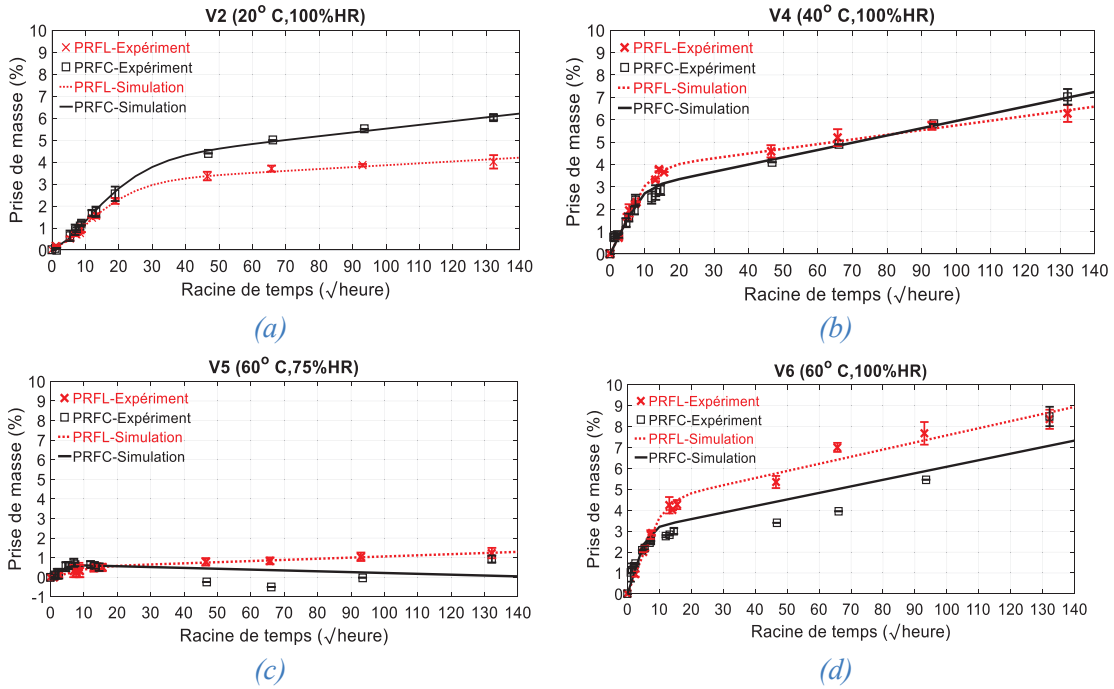


Figure 181: Comparaison de l'évolution de la masse d'eau absorbée entre deux composites PRFC et PRFL soumis aux quatre conditions de vieillissement

L'application du modèle Arrhenius sur les coefficients de diffusion de correction pour les vieillissements V2, V4 et V6 donne les paramètres de ce modèle dans le Tableau 43. Le coefficient de diffusion et l'énergie d'activation du composite PRFC sont plus élevées que ceux du composite PRFL.

Tableau 43 – Paramètres du modèle Arrhenius pour les deux composites

Matériau	Coefficient de diffusion (mm^2/s)	Energie d'activation (kJ/mol)
PRFC	97,78	50,79
PRFL	0,281	36,14

- ***Température de transition vitreuse***

La Figure 182 représente la comparaison des T_g entre deux composites soumis aux divers vieillissements accélérés et naturel. Pour les éprouvettes de référence T0 (non vieillies), les deux composites PRFC et PRFL ont approximativement les mêmes T_g de 56°C et 54,8°C. Toutes les conditions de vieillissement provoquent deux évolutions opposées sur la T_g pour les deux matériaux : une diminution de la Tg du composite PRFC et une augmentation de la Tg du composite PRFL

Plus la température des conditions non immergées est élevée, plus la diminution de la T_g du PRFC et l'augmentation de la T_g du PRFL sont importantes. Deux évolutions opposées sont expliquées par la dégradation thermique du PRFC et la post réticulation du PRFL sous cette température.

Les conditions immergées produisent aussi une augmentation de la T_g du PRFL en fonction de la température d'eau et la post réticulation du PRFL mentionnée précédemment a expliqué cette évolution. Pour le PRFC, plus la température d'eau est faible, plus diminution de la T_g est enregistrée. L'impact de l'eau sur le composite PRFC est plus important que pour le composite PRFL.

Les évolutions opposées de la T_g entre les deux composites sont aussi observées sous le vieillissement VN : un accroissement important du PRFL et un décroissement léger du PRFC. Cette différence peut être interprétée par une post-réticulation de la résine bio sourcée pour PRFL (paragraphe 3.2.2) et une dégradation du composite PRFC (paragraphe 3.1.2)

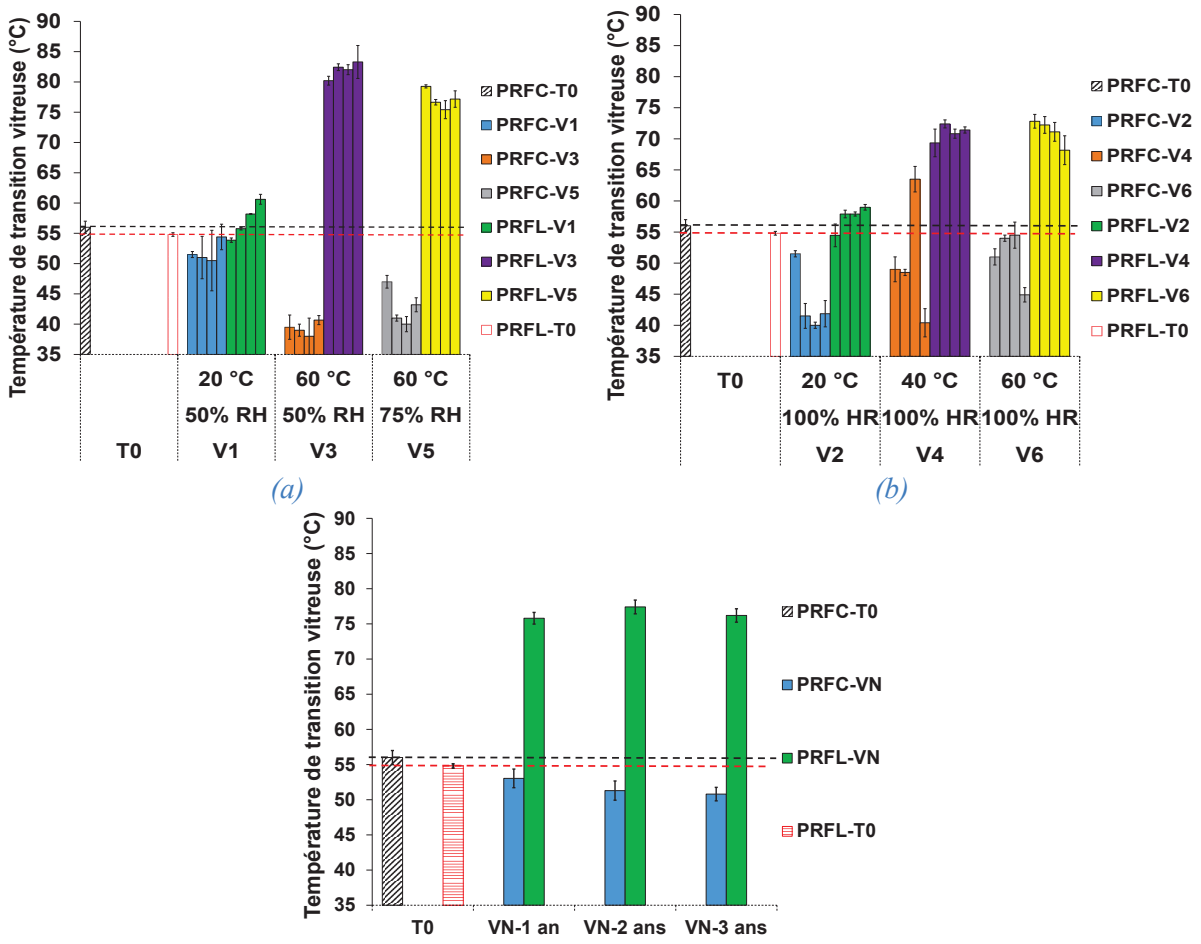


Figure 182: Comparaison de la température de transition vitreuse entre les deux composites

- ***Résultats de l'essai de tomographie***

La Figure 183 présente les taux volumiques de porosité pour les deux matériaux composites pour toutes les conditions de vieillissement et souligne une forte augmentation des microfissures du composite PRFC par rapport au composite PRFL et une plus faible valeur des porosités circulaires. Le plus grand écart entre le taux volumique de microfissures de PRFC et PRFL est noté sur la condition V3 et le vieillissement naturel. Les composants de la résine TFC tels que les charges ou les additifs peuvent être plus affectées par la température élevée de la condition V3 ou les cycles de température et d'humidité de la condition VN. L'impact de la température de 60°C conduit à une dégradation thermique de la résine TFC (Lobanov et Zubova, 2019) tandis que la combinaison de différents facteurs de VN produit une érosion du PRFC (paragraphe 3.1.4.3). Par conséquent, le taux volumique de microfissures du composite PRFC augmente.

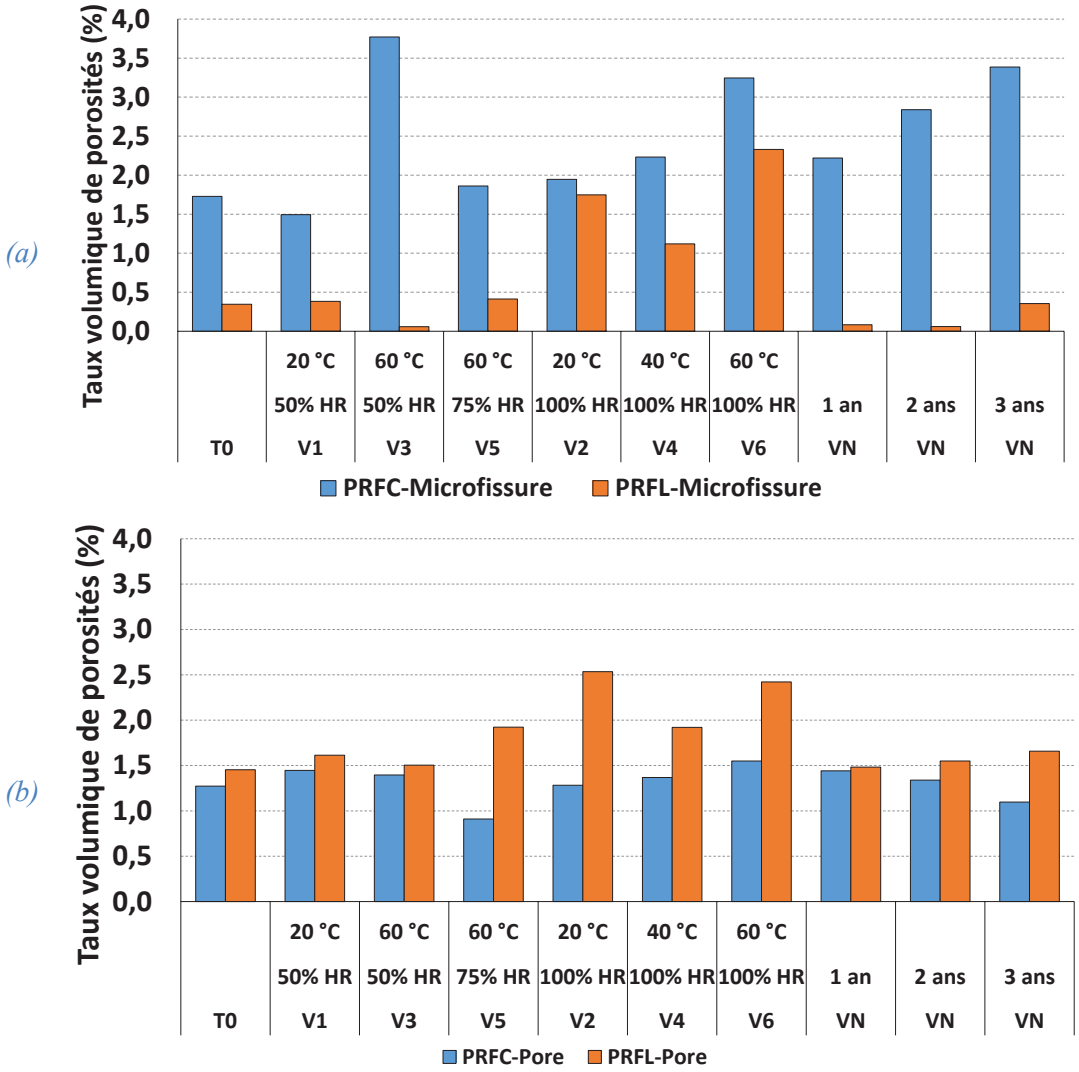


Figure 183: Comparaison des résultats de l'essai de tomographie : (a) taux volumique de microfissures, (b) taux volumique de porosités circulaires

Le taux volumique de porosités circulaires du composite PRFL est légèrement plus grand que celui du composite PRFC. Les grands écarts entre deux composites sont trouvés au vieillissement des deux composites dans l'eau (V2, V4, V6) et l'humidité de 75%HR de la condition V5. Ces conditions ont une humidité élevée qui a une association étroite avec le vieillissement des fibres de lin. A long terme, une diminution du diamètre de fibres de lin après un gonflement au début du vieillissement peut former des pores circulaires au sein du composite PRFL (Le Duigou et al, 2015) (Yan et Bing, 2016).

3.3.2.2. Analyses des propriétés mécaniques des deux composites

En référence au paragraphe 3.3.1.2, une normalisation a été aussi appliquée sur les propriétés mécaniques mesurées par l'essai de traction simple. En outre, une normalisation permet d'analyser les différentes évolutions des deux résistances au cisaillement obtenues par deux essais : l'essai de cisaillement interlaminaire du composite PRFC et l'essai de flexion 3 points à courte portée du composite PRFL.

- ***Propriétés mécaniques mesurées par l'essai de traction simple***

Après vieillissements accélérés et naturel, la différence évidente de la modification des modes de rupture a été observée pour les deux composites: un changement du mode de rupture explosive avec délaminage des deux plis sur une grande longueur (T0) à une rupture

transversale sans délaminage sur une faible longueur du PRFC (vieillissement), une modification de la rupture transversale sans déchaussement de fibres de lin (T0, vieillissements non immergés et naturel) à une rupture transversale avec les fibres de lin déchaussées à partir de la matrice (vieillissements en immersion). La Figure 184 montre les comparaisons des propriétés mécaniques normalisées entre les deux composites soumis aux diverses conditions de vieillissement. Les conditions non immergées provoquent une plus faible dégradation des deux composites que les vieillissements en immersion :

- La condition V1 (20ºC, 50%HR) n'introduit pas une dégradation significative des performances mécaniques des deux matériaux (Figure 184a,c,e). La stabilisation de ces performances provient de la polymérisation lente des deux résines TFC et bio sourcée, donc la durabilité des deux matériaux est assurée sous cette condition.

- Pour la condition V3 (60ºC, 50%HR), une grande réduction de l'effort maximal par unité de largeur et de la déformation ultime du PRFL à 24 mois est différente des résultats du PRFC (Figure 184a,c,e). La dégradation thermique du PRFL (paragraphe 3.2.4.1) explique cette chute des performances. Globalement, le phénomène de post-cuisson provoque une amélioration de l'adhésion fibre/matrice, donc les propriétés mécaniques du PRFC restent stables. La durabilité du PRFL à 24 mois est moindre que celle du PRFC en raison d'une dégradation des fibres de lin.

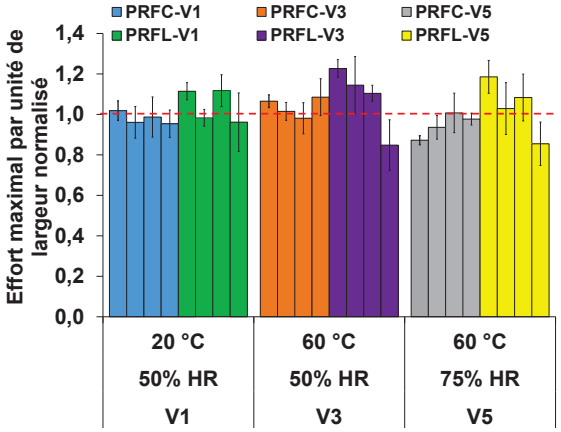
- L'humidité modérée de la condition V5 (60ºC, 50%HR) entraine une diminution légère des performances mécaniques des deux composites sauf une grande réduction de l'effort maximal du PRFL à 24 mois (Figure 184a,c,e). La dégradation des fibres de lin mentionnée ci-dessus confirme la réduction de l'effort maximal du PRFL à 24 mois. Sous cette condition, la faible diminution des autres performances mécaniques des deux composites résultent de deux phénomènes opposés : une post-réticulation des matrices à 60ºC et une faible plastification par une faible absorption d'eau. Comme le vieillissement V3, le composite PRFL est moins durable que le composite PRFC à 24 mois.

- En vieillissement V2 (20ºC, 100%HR), une diminution similaire de l'effort maximal est notée pour les deux composites mais les autres performances montrent deux évolutions opposées : une plus grande réduction de la rigidité et un plus grand accroissement de la déformation ultime du PRFL par rapport à PRFC. La sorption d'eau des deux composites entraine une plastification et une dégradation de l'interface fibre/matrice et une réduction globale des performances mécaniques est alors obtenue. L'apparition des microfissures additionnelles par le gonflement des fibres de lin contribue plus à dégrader du PRFL et plastifier la résine bio sourcée malgré la caractéristique hydrophobe de cette résine (paragraphe 3.2.4.3).

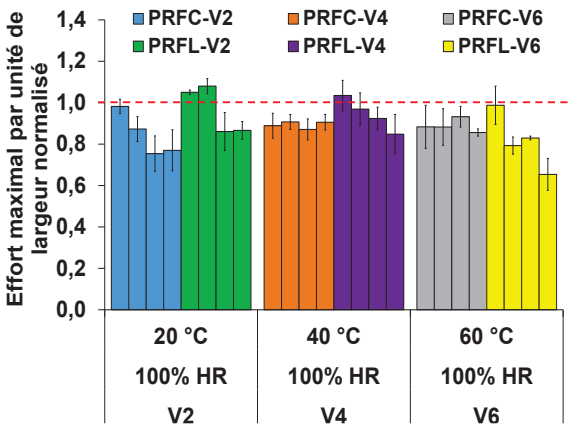
- Concernant deux composites exposés au vieillissement V4 (40ºC, 100%HR), les évolutions similaires des propriétés mécaniques sont observées par rapport aux résultats du vieillissement V2. Cependant, à 24 mois, les performances de ces deux matériaux sont moins diminuées que lors du V2. La post-réticulation lente à 40ºC conduit à un certain recouvrement de ces performances (Sang et al, 2018) (Cromwell et al, 2011) (Benzarti et al, 2011).

- Dans le cas du V6 (60ºC, 100%HR), une dégradation différente des deux composites est enregistrée : une diminution importante de l'effort maximal et de la rigidité et un plus grand accroissement de la déformation ultime du PRFL par rapport au PRFC. On observe une plus grande plastification de la résine bio sourcée par absorption d'eau à 60ºC (Figure 181d,Figure 182b) et une plus grande augmentation des porosités (Figure 183) du PRFL, confirmant cette différence.

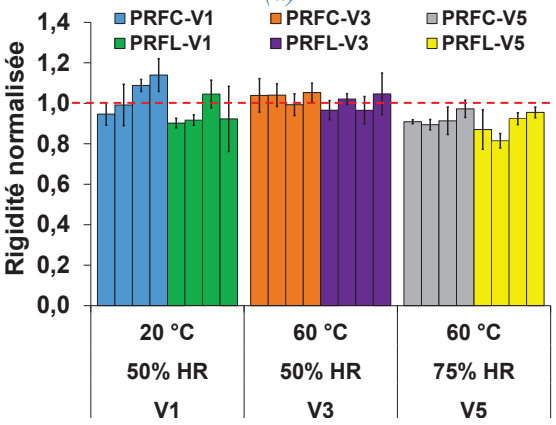
Les conditions immergées provoquent évidemment la dégradation des deux composites en fonction de la température de l'eau. La condition V2 est une condition plus sévérisée pour le PRFC tandis que la dégradation la plus importante du PRFL est avec le V6.



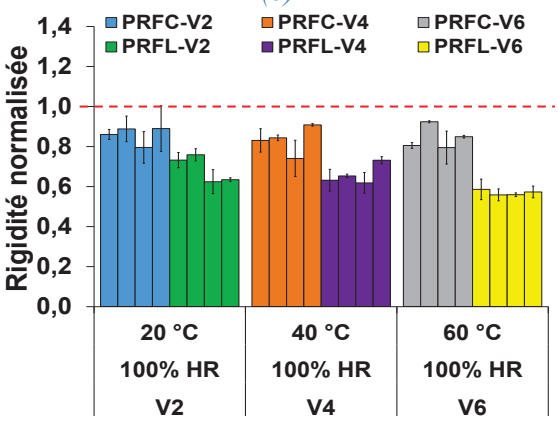
(a)



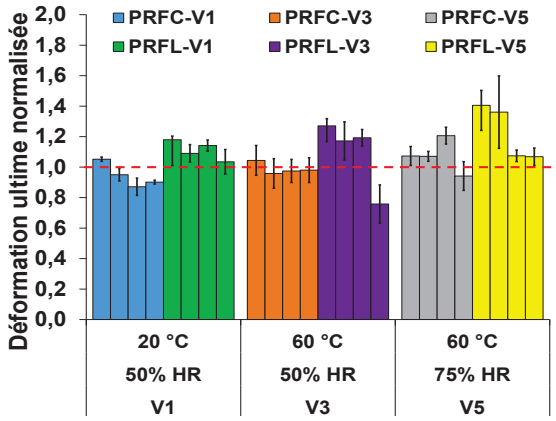
(b)



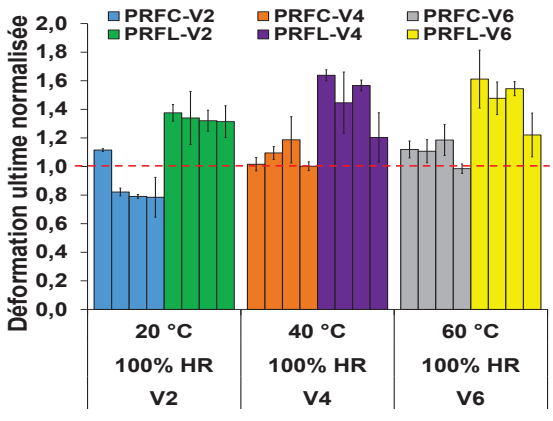
(c)



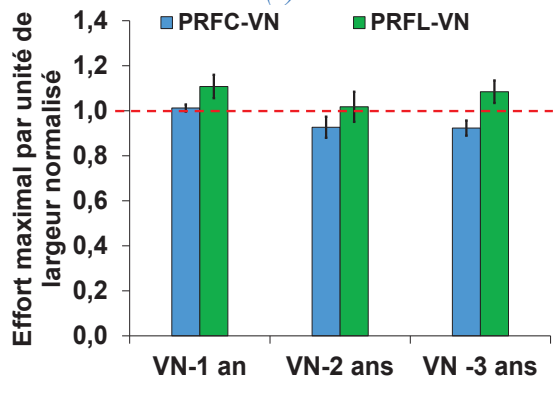
(d)



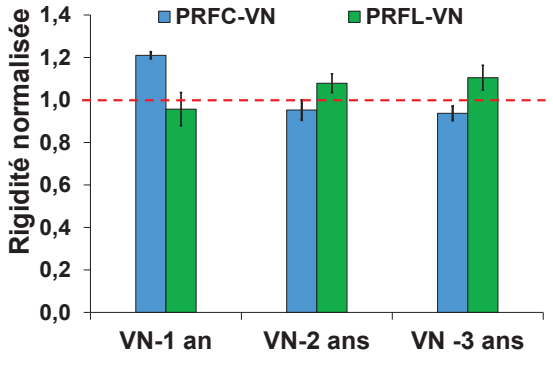
(e)



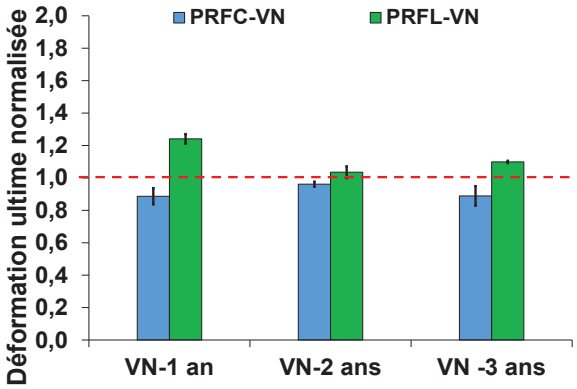
(f)



(g)



(h)



(i)

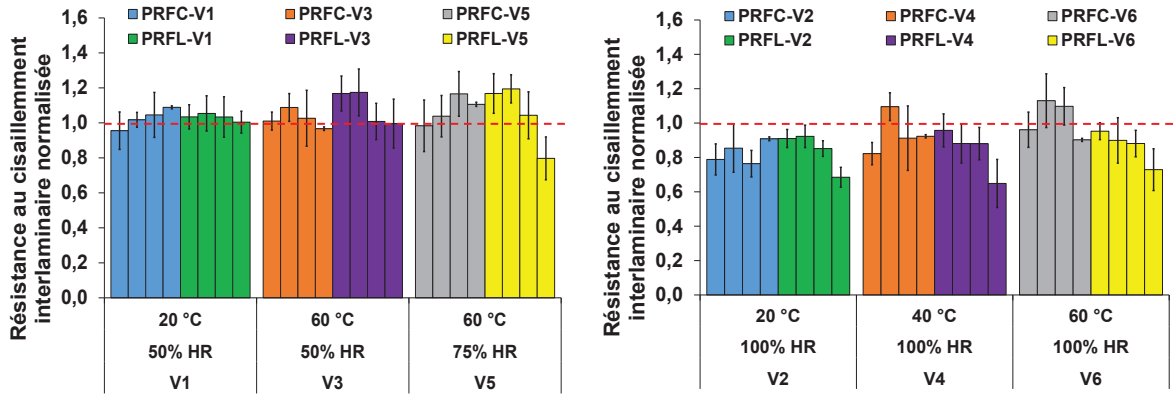
Figure 184: Comparaison les propriétés mécaniques en traction entre deux composites

Lors du vieillissement naturel (VN) d'un an à trois ans, on observe deux évolutions opposées des propriétés mécaniques : une diminution légère pour le PRFC et une augmentation légère pour le PRFL. Le caractère hydrophile de la résine TFC du PRFC et celui hydrophobe de la résine bio sourcée du PRFL entrainent cette différence. Le PRC s'oxyde et s'érode plus que le PRFL conduisant à ce résultat (Figure 134, Figure 183a) (Figure 159). Par ailleurs, la résine bio sourcée est plus polymérisée que la résine TFC sous la condition naturelle (Figure 182). Le composite PRFL est plus durable que le composite PRFC au vieillissement VN.

- ***Résistance au cisaillement fibre/matrice***

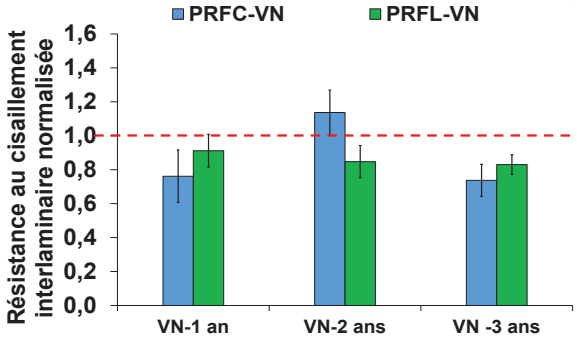
La Figure 185 présente les comparaisons de la résistance au cisaillement interlamaire entre les deux composites. Pour les vieillissements accélérés, une température élevée et l'immersion de PRFL dans l'eau sont une condition plus dégradable de l'adhésion fibre de lin/résine bio sourcé. En cas d'immersion, le composite PRFL perd 30% de sa résistance au cisaillement tandis que le composite PRFC a une réduction de 10% de cette résistance par rapport à la valeur de l'éprouvette non vieillie (Figure 185b). Le vieillissement des fibres de lin expliqué précédemment joue un rôle important du vieillissement de l'interface fibre/matrice pour le PRFL. Les vieillissements à humidité modérée (V5) ou en immersion (V2, V4, V5) introduisent une moindre durabilité de l'interface fibre de lin/résine bio sourcée que l'interface fibre de carbone/résine TFC.

Le vieillissement VN provoque une diminution équivalente, d'environ 20% de cette résistance des deux composites après trois ans de vieillissement. La combinaison des facteurs du VN peut dégrader l'interface fibre/matrice pour les deux composites de manière identique.



(a)

(b)



(c)

Figure 185: Comparaison la résistance au cisaillement interlaminaire entre deux compsites

3.4. CONCLUSION DU CHAPITRE 3

En conclusion de ce chapitre, nous avons étudié la durabilité de deux composites (PRFC et PRFL) exposés aux diverses conditions de VA et vieillissement VN de 1 an à 3 ans. Pour le système traditionnel du composite PRFC, l'immersion à l'eau 20ºC (V2) est une condition sévérisée pour les propriétés mécaniques en traction au cours du temps. La condition de V2 provoque la dégradation de l'interface fibre/matrice et de la résine époxyde TFC en raison de la sorption d'eau. De plus, à la température 20ºC la post-réticulation de la résine époxyde TFC ne se produit pas, donc, le vieillissement du composite PRFC par la sorption d'eau devient prédominant.

En cas du vieillissement d'un système innovant (composite PRFL), la température de 60ºC (V3, V5) et l'immersion de composite dans l'eau de 20ºC, 40ºC, 60ºC (V2, V4, V6) sont des conditions sévérisées pour la dégradation de leurs performances mécaniques en traction. Une dégradation thermique de la fibre de lin conduit à une forte diminution de l'effort maximal par unité de largeur pour les conditions V3 et V5. Malgré le caractère hydrophobe de la résine bio sourcée, une forte réduction des propriétés mécaniques du composite PRFL est obtenue en raison de l'absorption d'eau des fibres de lin. Il faut souligner que le gonflement, la dissolution des structures biologiques des fibres de lin par absorption d'eau contribuent à la plupart du vieillissement du composite PRFL.

Le mesure d'EA a permis de suivre la transition du micro-dommages en macro-dommages des deux composites. Elle a mis en évidence les dégradations de la matrice et de l'interface fibre/matrice après 24 semaines du vieillissement V4.

La durabilité de l'interface fibre/matrice est faible pour les vieillissements en immersion et naturel. L'exposition directe de cette interface à ces conditions dégrade rapidement la résistance au cisaillement interlaminaire.

Les résultats du VN ont illustré que le composite PRFL est plus durable que le composite PRFC après 3 ans de vieillissement. Le composite PRFL par son bon comportement en vieillissement naturel pourrait être envisagé comme matériau alternatif au PRFC dans certaines conditions (t° modérée et pas d'immersion).

CHAPITRE 4. CARACTERISATION MECANIQUE DE L'INTERFACE COMPOSITE/BETON

Le précédent chapitre a mis en exergue l'influence des vieillissements accéléré (VA) et naturel (VN) sur les propriétés des composites seuls (PRFC et PRFL). Ce chapitre a pour objectif de mieux appréhender l'effet des VA et VN sur l'interface composite/béton. Il comporte quatre parties : les résultats d'essais du béton seul, les résultats des essais de l'interface PRFC/béton, les résultats des essais de l'interface PRFL/béton et la comparaison des résultats des deux interfaces composite/béton.

Dans une première partie, les évolutions des propriétés mécaniques du béton seul sous diverses conditions de vieillissement sont analysées avec les résistances à court terme à 24 semaines puis les résultats à long terme à 24 mois.

Les deuxième et troisième parties sont présentées de façon similaire avec les résultats de l'essai d'arrachement puis ceux de l'essai de double cisaillement de l'interface composite/béton. Les différents modes de rupture et les performances mécaniques de l'interface composite/béton obtenus avec l'essai d'arrachement permettent de mieux comprendre l'influence de l'état de surface du béton sur le vieillissement de l'interface composite/béton et les vieillissements de cette interface à long terme. L'analyse des résultats de l'essai de double cisaillement permet de suivre l'évolution des performances mécaniques d'un joint de colle. Une comparaison entre les résultats de VA et VN donne une évaluation de la durabilité de chaque type de collage.

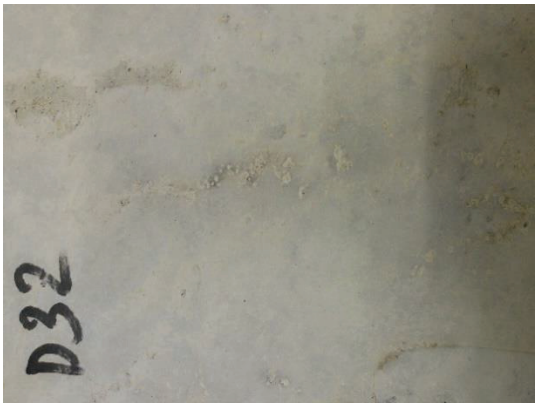
La dernière partie de ce chapitre compare les résultats obtenus avec les deux types d'essai sur les interfaces PRFC/béton et PRFL/béton afin de juger si le système innovant de PRFL est estimé apte à remplacer ou non le composite traditionnel de PRFC.

4.1. RESULTATS DES ESSAIS SUR LE BETON SEUL

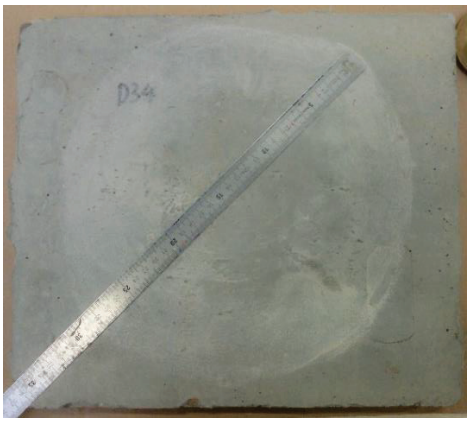
4.1.1. Résultats de mesure de la rugosité des dallettes

Dans le cadre du projet ANR MICRO, nous nous sommes posé la question de l'impact de l'état de surface du béton sur les résultats de vieillissement. C'est pourquoi, dans le cadre de cette thèse, nous avons voulu faire varier l'état de surface du béton.

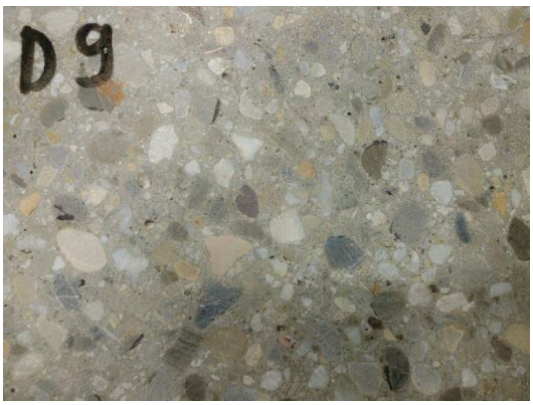
La Figure 186(a,b,c) présente des images de la surface du béton après les trois traitements de surface employés dans cette étude : l'état naturel du béton (non traitement-NA) (Figure 186a), après ponçage par la scie diamanté (PO) (Figure 186b), après sablage (SB) (Figure 186c) où pics et creux de rugosité sont nettement visibles. La Figure 186(d,e,f) montre l'étalement d'un même volume de sable fin (5 cm^3) sur la surface des dallettes aux trois états NA, PO, SB.



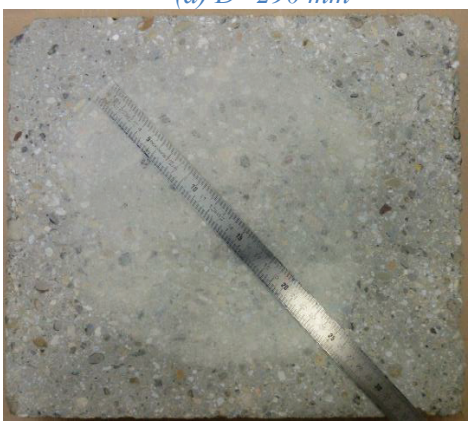
(a)



(d) D=290 mm

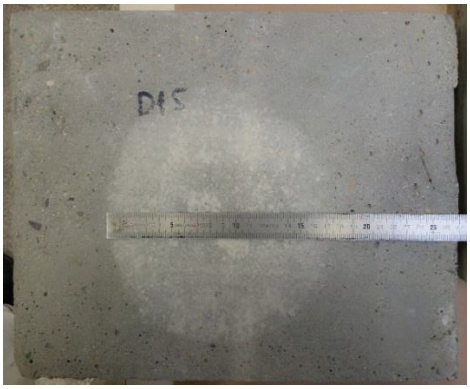


(b)



(e) D=250mm

(c)



(f) D=190 mm

Figure 186- (a,d) Etat naturel de la surface du béton, (b,e) état de la surface du béton après le ponçage, (c,f) état de la surface du béton après le sablage

Les rugosités obtenues sont présentées sur la Figure 187, à partir de la moyenne et de l'écart type de toutes les dallettes pour chaque technique de traitement. La plus faible rugosité est obtenue avec NA et la plus grande avec SB. La rugosité à l'état PO est relativement proche de celle à NA. Les états de surface du contreplaqué (utilisé pour le coffrage) et de la scie diamantée conduisent à des rugosités équivalentes. Cet ordre des rugosités se retrouve dans les recherches de Chaussadent et Clément (2006) et de Soares et al (2019).

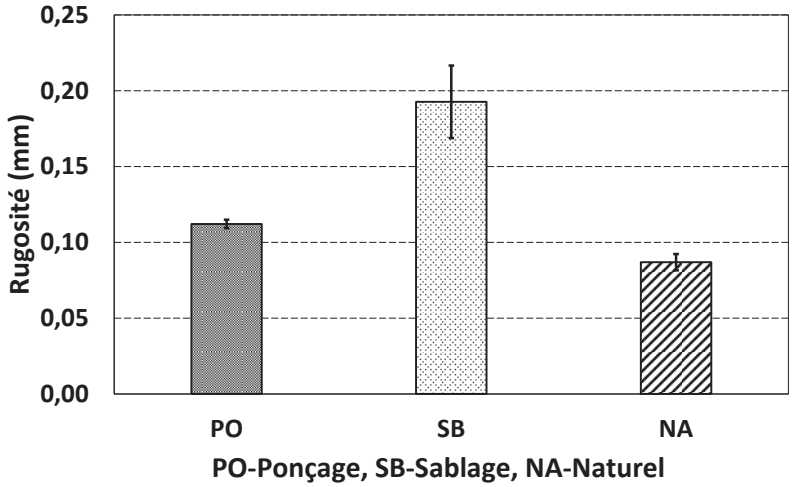


Figure 187 : Evolution de la rugosité pour chaque technique de traitement de surface des dallettes

4.1.2. Evolution des résistances du béton à court terme

Avant d'analyser les interfaces PRFC/béton ou PRFL/béton, nous avons étudié la résistance en compression et la résistance à l'arrachement du béton seul. La résistance en compression est mesurée à partir de trois cubes de béton 100x100x100 mm^3 de la même gâchée selon la norme NF EN 206/CN (2014). La résistance à l'arrachement du béton est mesurée par l'essai d'arrachement directement effectué sur la surface de béton.

La Figure 188a présente l'évolution de la résistance en compression suivant le temps de vieillissement de 0 à 4 mois pour les vieillissements VL et V4 de béton d'une même gâchée. Cette résistance est constante sous VL, mais augmente de 25% durant 2 premiers mois de V4. D'après la Figure 188(b-c-d), les traitements de surface, classés par ordre croissant des résistances à l'arrachement mesurées sont, NA-PO-SB. On retrouve l'effet bénéfique de V4 sur la résistance à l'arrachement du béton.

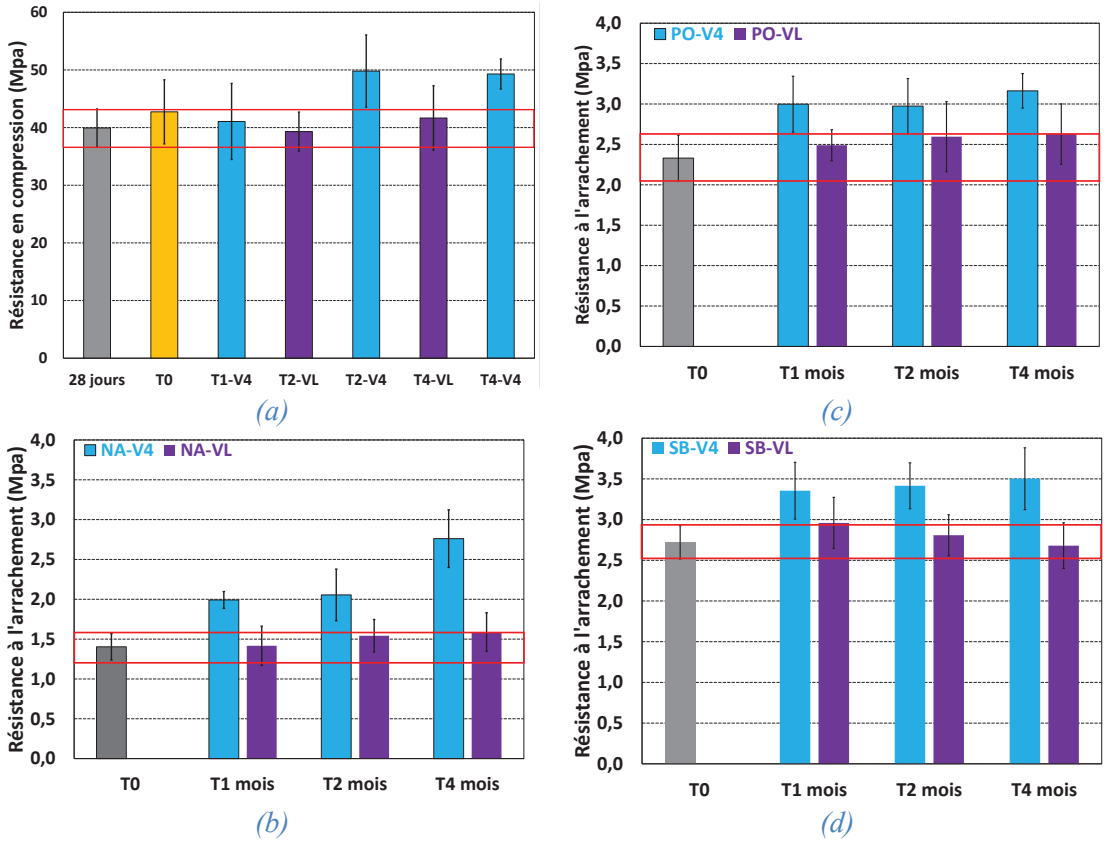


Figure 188 : a) Résistance en compression du béton, (b) Résistance à l'arrachement de l'état NA, (c) Résistance à l'arrachement de l'état PO, (d) Résistance à l'arrachement de l'état SB

4.1.3. Evolution des résistances du béton à long terme

Ce paragraphe est consacré aux évolutions de la résistance à l'arrachement du béton seul d'une même gâchée soumis aux diverses conditions de vieillissement dans le cadre du projet ANR MICRO. Les résistances ont été mesurées par des essais d'arrachement sur les surfaces des dallettes vieillies non recouvertes de composites. Ces surfaces ont été poncées avant l'essai car c'est ce traitement de surface qui a été utilisée dans l'ANR MICRO avant le collage des composites. La Figure 189 présente les évolutions de cette résistance au cours des 24 mois de vieillissements accélérés et de 3 ans de vieillissement naturel. En raison d'une grande variance sur les résistances à T0 entre les deux laboratoires partenaires, les résultats des conditions V1, V2, V3 sont normalisées par rapport à T0-IFSTTAR tandis que T0-LMC2 est utilisé comme référence pour les vieillissements V4, V5, V6 et VN.

- Il ressort de cette figure que : V1 (20ºC, 50%HR) n'induit pas de changement significatif de la résistance à l'arrachement après 24 mois. Les faibles température et humidité de la condition V1 ne provoquent pas une modification physico-chimique importante du béton.

- La condition V3 (60ºC, 50%HR) induit une baisse de la résistance à l'arrachement de 3 mois à 24 mois de vieillissement. La variation de la qualité des dallettes peut expliquer cette différence de résistance.

- La condition V5 (60ºC, 75%HR) montre une stabilité de cette résistance après 24 mois de vieillissement par rapport à la valeur de T0-LMC2.

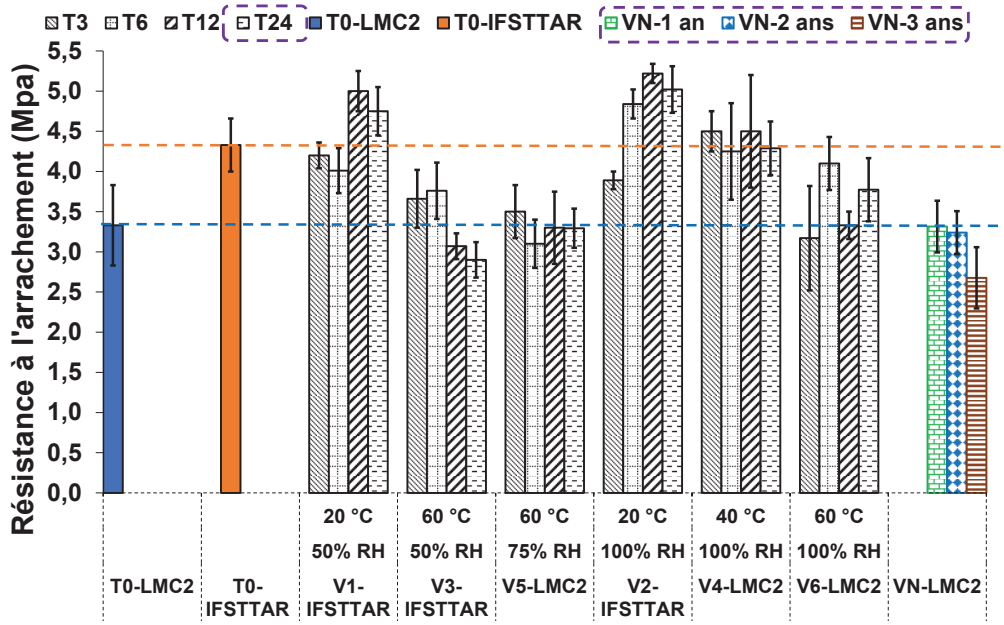


Figure 189 : Evolution de la résistance à l'arrachement du béton pur sous diverses conditions de vieillissement

- En cas d'immersion des dallettes dans l'eau à 20ºC (V2), la résistance augmente de 15% après 24 mois de vieillissement.

- La condition V4 (40ºC, 100%HR) induit une augmentation de 25% de cette résistance à l'échéance 24 mois. L'augmentation de cette résistance pour la condition V4 est plus élevée que celle à V2 (20ºC, 100%HR).

- La condition V6 (60ºC, 100%HR) montre une légère augmentation de cette résistance en comparaison des deux conditions V2 et V4. Grâce à une plus grande cinétique de diffusion de l'eau à 60ºC, des phénomènes, comme la carbonatation du béton par le gaz carbonique (CO_2), peuvent apparaître sous cette condition.

Généralement, l'immersion du béton dans l'eau provoque une augmentation de la résistance à l'arrachement du béton seul en raison de réactions d'hydratation du ciment. (Divet, 2001).

Les dallettes exposées au vieillissement naturel (VN) sont soumises aux impacts physiques et chimiques. Les impacts chimiques comprennent : la carbonatation par le gaz carbonique (CO_2) de l'air et la neutralisation de l'alcalinité du ciment par la pluie acide (Drouet, 2010). Par ailleurs, le cycle thermique (gel/dégel), le cycle absorption/ désorption d'eau, l'abrasion, l'érosion et la cavitation sont les impacts physiques sur un échantillon sous le vieillissement VN (IAEA, 1998). Les conséquences des impacts chimique et physique entrainent une réduction progressive des performances mécaniques de béton pour le VN (Cabral-Fonseca et al, 2018) (Nishizaki et Kato, 2011).

En résumé, ce paragraphe a analysé les évolutions de la rugosité des surfaces de béton traité par chaque technique et les résistances à l'arrachement et en compression du béton seul aux mêmes échéances de vieillissement dans l'objectif de contribuer aux explications des résultats de l'interface composite/béton.

4.2. RESULTATS DES ESSAIS DE L'INTERFACE PRFC/BETON

Dans ce chapitre, nous avons complété les résultats de Zombré (2019) obtenus dans le cadre du projet ANR MICRO et nous avons exploité les résultats en VA à 24 mois et les résultats en VN à 2 ans et 3 ans. Nous les avons comparés avec ceux obtenus précédemment que ce soit pour l'essai de l'arrachement ou pour celui de double cisaillement.

4.2.1. Résultats de l'essai d'arrachement composite/béton

4.2.1.1. Résultats de l'essai d'arrachement composite/ béton

4.2.1.1.1. Analyse des résultats de V1, V2, V3, V4, V5,V6 de 24 mois et et VN de 2 ans, 3 ans

- ***Mode de rupture***

Pour l'échantillon de référence (T0- aucun vieillissement), une rupture cohésive dans le béton (M1) a été observée (Figure 190a). Dans les conditions non immergées (V1, V3, V5) on observe aussi le mode de rupture cohésive dans le béton (Figure 190c). L'immersion des dallettes , quelle que soit la température (V2, V4, V6) conduit à une rupture adhésive entre le composite et le béton (M3-Figure 190b,d). La plastification de la matrice des composites (Karbhari et Ghosh, 2009) et la détérioration de la liaison chimique entre la matrice et la surface de béton (Benzarti et al, 2011) par l'insertion des molécules d'eau à l'interface composite/béton expliquent cette rupture adhésive. Les conditions de milieu humide à température élevée V5 (60ºC, 75% HR) et V6 (60ºC, 100% HR) entrainent un changement de la couleur grise de T0 à la couleur jaune plus ambrée, expliquée par l'oxydation de la matrice (Ernault, 2016) (Lobanov et Zubova, 2019).

Dans le cas du vieillissement naturel (VN) de 1 an à 3 ans on observe toujours le mode de rupture cohésive dans le béton (Figure 190 e,f,g). Sous l'effet de la photo-oxydation par la lumière du soleil, la surface du composite devient grise (Marouani et al, 2012).

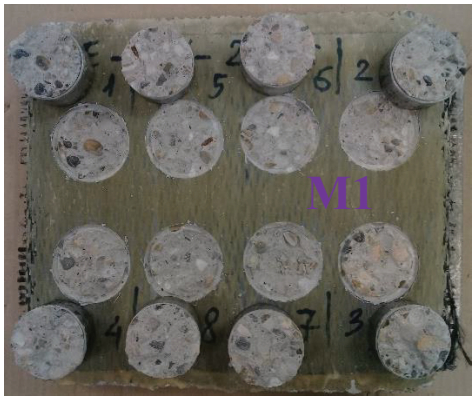
(a)

(b)

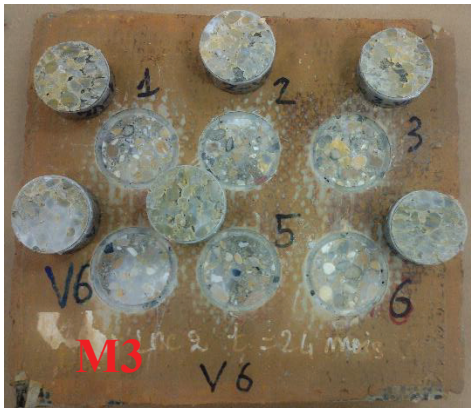
(e)

(c)

(f)



(d)



(g)

Figure 190 : Evolution du mode de rupture d'arrachement PRFC/béton :(a) T0, (b) (c) (d) vieillissement V4 V5 V6, (e) (f) (g) Vieillissement naturel de 1 an, 2 ans, 3 ans

- ***Résistance à l'arrachement***

La Figure 191a présente les résistances à l'arrachement des deux laboratoires pour une dallette de référence (aucun vieillissement). Le biais entre les deux laboratoires est assez

significatif en raison de la forte variabilité de cet essai. Les corps d'épreuve de référence non vieillis ont une résistance à l'arrachement moyenne de 4,04 MPa et un écart-type de 0,42 MPa.

- V1(20ºC, 50% HR) et V3 (60ºC, 50% HR) ne génèrent pas de modification significative de la résistance à l'arrachement sur les 24 mois de test.

- La dallette mise au vieillissement V5 (60ºC, 75% HR) pendant 24 mois présente une résistance à l'arrachement 25% plus faible que T0. Une plastification importante de la matrice à humidité modérée (75% HR) peut diminuer la liaison chimique entre le béton et la matrice polymère (Houhou, 2012).

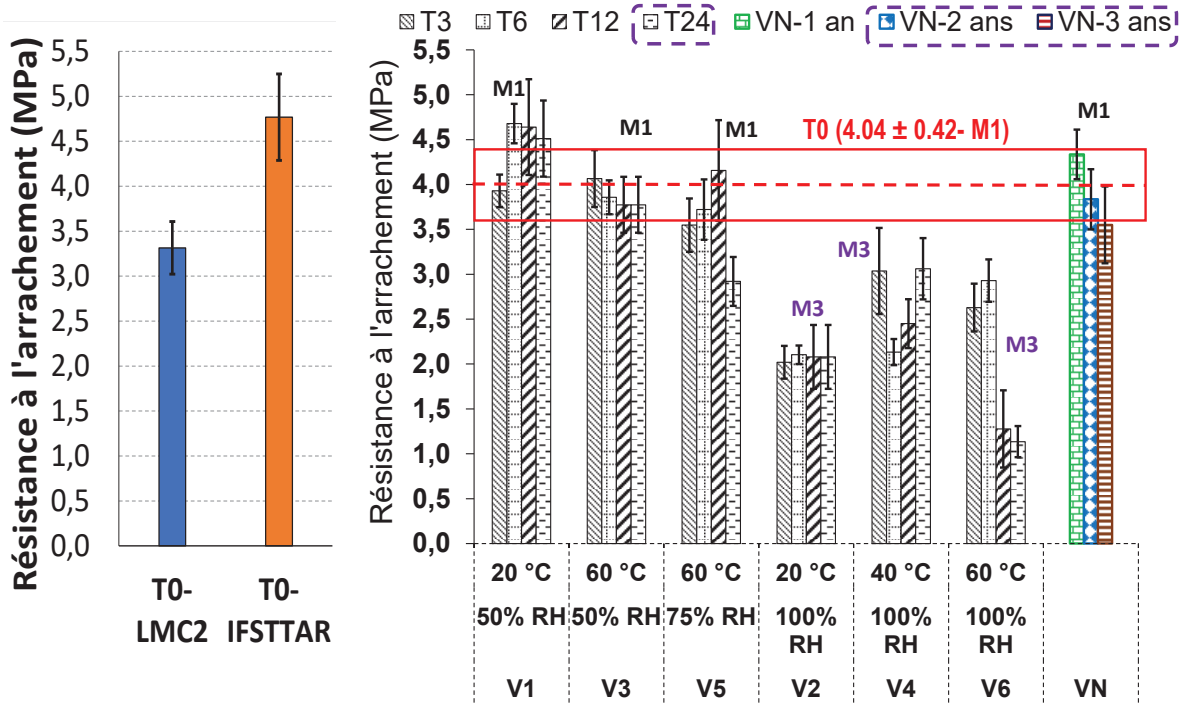
- Une diminution de la résistance à l'arrachement de 50% est observée pour le vieillissement V2 (20ºC, 100% HR) dès la première échéance. L'eau à la température de 20ºC provoque globalement une plastification de la matrice et une dégradation de la liaison chimique entre le PRFC et la surface de béton tandis que la réticulation de la matrice est lente.

- Le vieillissement V4 (40ºC, 100% HR) conduit à la plus faible diminution (30%) de la résistance à l'arrachement entre les trois conditions immergées. Il existe une évolution fluctuante de T0 à T24 mois liée à la compétition entre la dégradation de la liaison chimique PRFC/béton et la post-réticulation de la matrice à 40ºC (Benzarti et al, 2011) (Cromwell et al, 2011).

- La condition V6 (60ºC, 100% HR) est la condition la plus sévérisée pour laquelle la résistance à l'arrachement est diminuée d'environ 70%. La température 60ºC de l'eau permet d'accélérer la cinétique de sorption d'eau des dallettes renforcées et l'interface PRFC/béton est plus dégradée (Verdu, 2002).

L'immersion des dallettes renforcées induit une diminution drastique de la résistance à l'arrachement. Les molécules d'eau parviennent jusqu'à l'interface PRFC/béton et provoquent non seulement la détérioration de la liaison chimique mentionnée ci-dessus mais aussi les différents gonflements entre le PRFC et le béton (Karbhari et Ghosh, 2009) (Benzarti et al, 2011). En conséquence, la résistance à l'arrachement est diminuée plus fortement si la température de l'eau est plus élevée.

Le vieillissement naturel (VN) ne diminue pas significativement la résistance à l'arrachement. Toutefois, on observe une légère diminution de cette résistance de 1 à 3 ans. Cette diminution est à corréler avec les plus faibles propriétés du béton (paragraphe 4.1.3).



(a) *(b)*

Figure 191 : a) Comparaison de la résistance à l'arrachement entre les deux laboratoires impliqués dans le projet ANR MICRO, (b) Evolution de la résistance à l'arrachement sous diverses conditions de vieillissement

- ***Comparaison de VN et VA***

La comparaison entre les résultats de VN et ceux de VA est une étape nécessaire pour évaluer le niveau de sévérisation des essais accélérés et interpréter les influences des différents facteurs lors de VA et VN. La dégradation de l'interface PRFC/béton sous les conditions immergées (V2, V4, V6) est plus forte que celle sous les VN de 1 à 3 ans, donc les facteurs d'accélération (FA) ont été calculés seulement sur les résultats obtenus pour les vieillissements V1, V3 et V5. Le Tableau 44 présente les FA entre les résistances à l'arrachement du VN de 1 à 3 ans avec celles du VA de 3 mois à 24 mois.

La résistance à l'arrachement et le mode de rupture du VN à 1 an sont conformes à ceux des divers VA (V1 de 3 à 24 mois, V3 à 3 mois et V5 à 12 mois). Les trois conditions ci-dessus introduisent une polymérisation lente pour V1 (Marouani et al, 2011) et une polymérisation rapide pour V3 et V5 (Marouani et al, 2012). Cette polymérisation entraîne une augmentation de cette résistance par rapport à T0. La qualité du béton et la faible absorption d'eau du joint de colle expliquent une augmentation légère de cette résistance de T0 à VN d'un an (Zombré, 2019).

Les résultats de VN de 2 ans sont comparables aux résultats après 3 mois du V1, de 3 à 24 mois du V3 et de 3 à 12 mois du V5 en termes de résistance et de mode de rupture. Les résistances à l'arrachement et le mode de rupture cohésive dans le béton des vieillissements V1 à 3 mois, V3 de 6 à 24 mois, V5 de 3 à 6 mois sont cohérents avec ceux du VN à 3 ans. Pour la condition V3, la variation de la qualité de dallettes (paragraphe 4.1.3) explique la diminution de cette résistance. La réduction légère de cette résistance sous la condition V5 est expliquée par la dégradation de la liaison chimique matrice/béton. La diminution de cette résistance après les VN de 2 à 3 ans provient de la dégradation de béton (paragraphe 4.1.3).

Enfin, les FA du VN de 1 à 3 ans montrent globalement un décalage progressif du V1 à V3 et V5. Ce décalage signifie que la dégradation de l'interface PRFC/béton est modifiée de 1

à 3 ans du VN. La combinaison des différents facteurs et les changements des données climatiques du VN de 1 à 3 ans peuvent expliquer ce résultat (paragraphe 3.1.4.1).

Tableau 44 – Facteur d'accélération entre le VN de 1 à 3 ans et les VA de 3 mois à 24 mois

Vieillissement naturel	Condition du VA	T3 mois	T6 mois	T12 mois	T24 mois
1 an	V1 (20°C, 50%HR)	**1,10**	**0,93**	**0,93**	**0,96**
	V3 (60°C, 50%HR)	**1,07**	1,12	1,15	1,15
	V5 (60°C, 75%HR)	1,22	1,17	**1,04**	1,48
2 ans	V1 (20°C, 50%HR)	**0,98**	0,82	0,83	0,85
	V3 (60°C, 50%HR)	**0,94**	**0,99**	**1,02**	**1,02**
	V5 (60°C, 75%HR)	**1,08**	**1,03**	**0,92**	1,31
3 ans	V1 (20°C, 50%HR)	**0,90**	0,76	0,77	0,79
	V3 (60°C, 50%HR)	0,87	**0,92**	**0,94**	**0,94**
	V5 (60°C, 75%HR)	**1,00**	**0,95**	0,85	1,22

4.2.1.1.2. Influence de l'état de la surface du béton sur le vieillissement de l'interface composite/béton

- ***Mode de rupture de l'interface composite/béton***

A T0 (aucun vieillissement) et après un à quatre mois de VL, des ruptures cohésives dans le béton (M1) sont observées (Figure 192). Pour la condition ambiante (VL), sa faible humidité ne provoque aucune dégradation de l'interface PRFC/béton.

Le vieillissement V4 (immersion à 40°C) influence le mode de rupture de l'interface PRFC/béton. Après 1 mois du vieillissement V4, pour l'état PO, la rupture cohésive dans le béton (M1) devient adhésive entre la résine TFC et la surface de béton (M3). Cette évolution est expliquée par la dégradation liée à la diffusion d'eau à l'interface PRFC/béton (Karbhari et Ghosh, 2009). Les états SB et NA conservent le mode de rupture cohésive dans le béton (M1) jusqu'à deux mois du vieillissement V4. Pour l'échéance de 4 mois, il existe une rupture mixte avec un décollement partiel du composite et une partie rompue dans le béton (M2a). En effet, l'augmentation de l'adhésion mécanique grâce à une plus grande rugosité (Ha et al, 2013) pour l'état SB et la formation d'une zone de mélange ciment/résine (Backelandt, 2005) pour l'état NA ralentissent la dégradation de l'interface PRFC/béton.

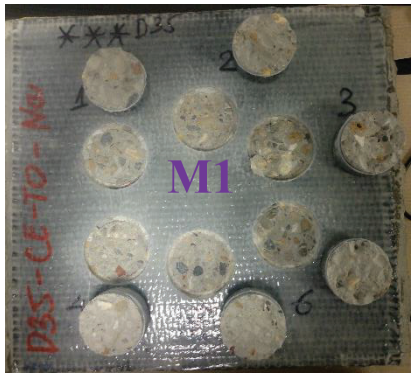
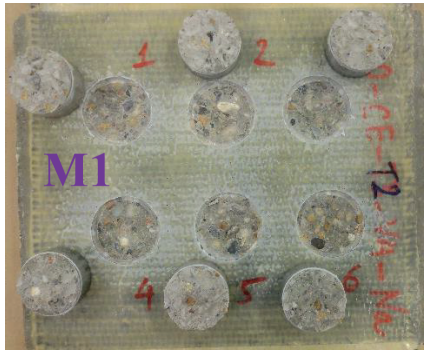
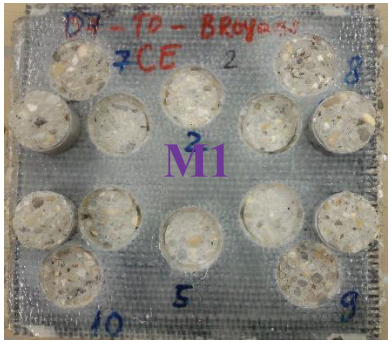
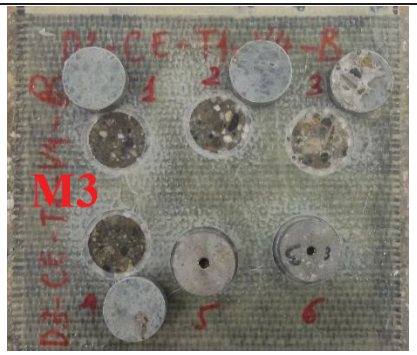
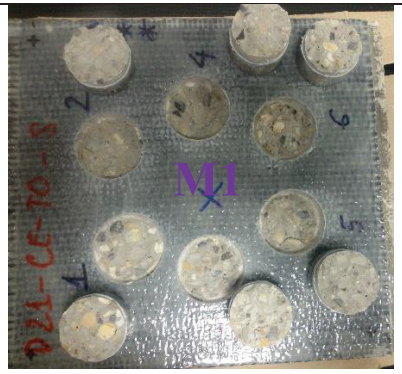
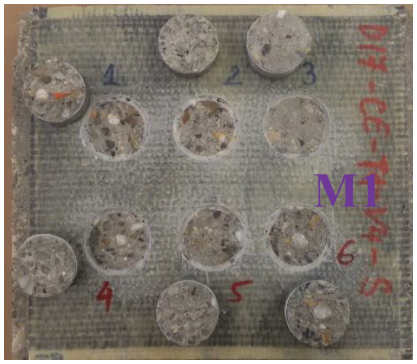
Etat	T0, T1 mois-VL, T2 mois-VL, T4 mois-VL	T1 mois-V4	T2 mois-V4	T4 mois-V4
NA aucun traitement				
PO ponçage				
SB sablage				

Figure 192 : Evolution des modes de rupture de l'interface PRFC/béton

- ***Evolution de la résistance à l'arrachement***

La Figure 193 présente l'évolution de la résistance à l'arrachement selon les trois états de la surface de béton pour le vieillissement V4 :

- Avec l'état PO, l'interface PRFC/ béton est rapidement dégradée et la résistance à l'arrachement diminue. La surface de l'état PO assez lisse comprend la matrice cimentaire et les coupes transversales des granulats (Figure 186b). La liaison chimique entre la matrice et la surface PO se fait par mélange résine/ciment-sable par l'osmose de la résine (Emmons et al, 2001) et une liaison chimique des molécules minérales de granulats avec le durcisseur aminé de la résine (les granulats n'absorbent pas la résine) (Benzarti et Chehimi, 2006). En effet, la molécule d'eau pénètre à l'interface PRFC/béton et provoque la plastification de la matrice et la dégradation globale de la liaison chimique entre la matrice et les granulats poncés. En conséquence, une rapide dégradation de l'interface PRFC/surface PO est obtenue.

- L'état SB permet de retarder cette dégradation et d'augmenter la résistance à l'arrachement. La grande rugosité de l'état SB augmente l'adhésion mécanique entre la résine et la surface de béton (superficie de contact) (Benzarti et al, 2011), donc le transport capillaire de l'eau le long de l'interface est empêché. De plus, le traitement par sablage conduit à exposer une surface de la matrice ciment/sable de bonne qualité et la liaison chimique est formée sur une zone du mélange entre la résine TFC et cette surface cimentaire (Backelandt, 2005). Une meilleure adhésion chimique résine TFC/surface de l'état SB contribue aussi à un retard de la dégradation de cette interface.

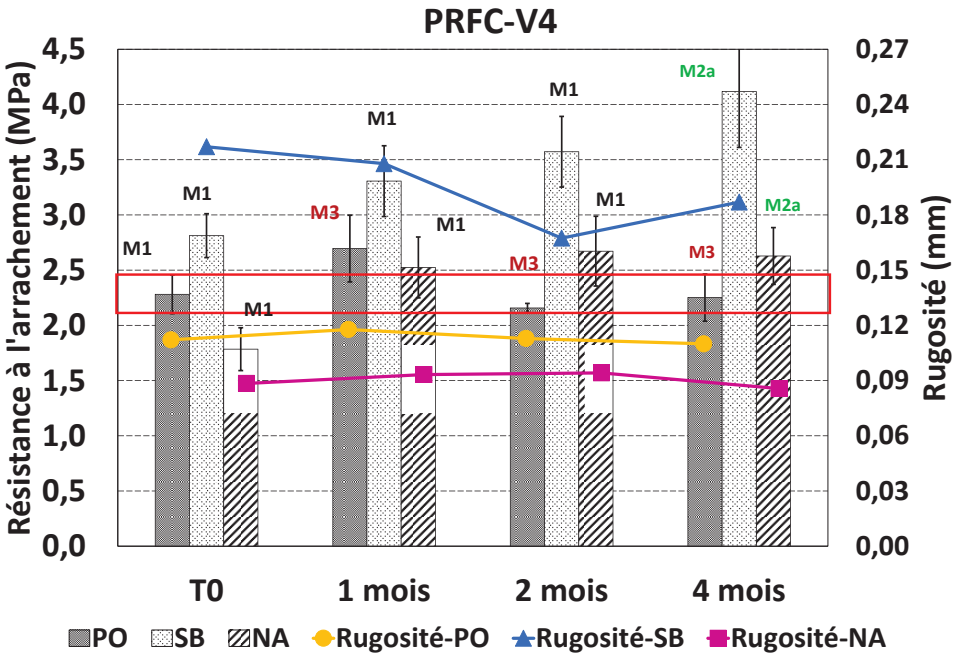


Figure 193 : Résistance à l'arrachement pour le vieillissement V4

- Pour NA, la liaison chimique entre le PRFC et la surface de béton est formée aussi sur une zone de mélange entre la résine et la matrice ciment/sable comme l'état SB mais la qualité du béton brut de décoffrage est plus faible que celle de l'état SB. L'hydratation du ciment de cette zone permet d'améliorer aussi la résistance à l'arrachement mais sa valeur est plus faible que celle de l'état SB (Figure 188b,d).

En résumé des résultats obtenus du vieillissement V4, plus la rugosité de surface de béton est grande, plus la résistance à l'arrachement composite/béton est élevée. L'immersion à 40°C est une condition sévérisée pour l'interface PRFC/surface à l'état PO du béton. Les états

SB et NA d'une surface de béton retardent non seulement la dégradation de l'interface PRFC/béton mais augmentent aussi la résistance à l'arrachement.

La Figure 194 montre l'influence de l'état de la surface de béton sur le vieillissement en condition ambiante VL de l'interface PRFC/béton :

- L'état PO conserve la même valeur de la résistance à l'arrachement de T0 à 4 mois du vieillissement VL.

- La plus grande rugosité de l'état SB a augmenté significativement cette résistance par rapport aux autres états et une stabilisation de cette résistance est ensuite enregistrée. Cette tendance est expliquée par l'augmentation de l'adhésion mécanique et des liaisons chimiques mentionnée ci-dessus.

- Avec l'état NA, une augmentation significative de la résistance à l'arrachement est observée et égale la résistance de l'état PO après 4 mois du vieillissement VL. La liaison chimique dans la zone du mélange entre ciment/résine est améliorée et conduit à cette augmentation.

Pour les résultats obtenus sous la condition VL, l'état de surface du béton a une légère influence sur la résistance à l'arrachement PRFC/béton. L'humidité et la température sont faibles, la polymérisation lente de la résine améliore alors ses performances mécaniques pours les états SB et NA (paragraphe 1.2.2.2). La plupart de l'adhérence PRFC/surface à état PO résulte de l'adhésion chimique résine TFC/granulats poncés. La condition ambiante ne peut pas améliorer cette adhésion et cette résistance pour l'état PO. La Figure 188b-d a confirmé une stabilisation de cette résistance du béton seul pour ces trois états sous la condition VL.

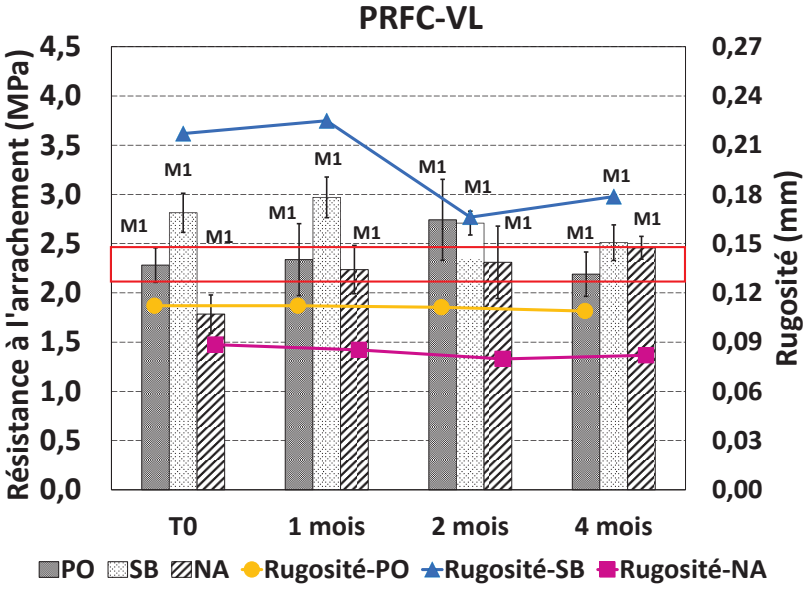


Figure 194 : Résistance à l'arrachement pour le vieillissement VL

4.2.1.2. Conclusion de l'influence de rugosité à l'interface PRFC/béton

En conclusion, pour le PRFC et les trois états de surface considérés, plus la rugosité du béton est grande, plus la résistance à l'arrachement est élevée.

L'ancrage mécanique résine/béton par l'augmentation de la superficie de contact contribue à retarder la dégradation de l'interface PRFC/béton sous le vieillissement hygrothermique V4.

L'hydratation du ciment sous la condition immergée améliore non seulement les performances mécaniques du béton mais aussi les caractéristiques de la zone de mélange

ciment/résine pour l'état NA. Malgré une légère augmentation de la résistance à l'arrachement, la résistance au vieillissement V4 de l'état NA est plus faible que celle de l'état SB.

L'essai d'arrachement a fourni des informations importantes sur le comportement de l'interface PRFC/béton sous une sollicitation de traction directe sur la surface du composite PRFC. Le paragraphe suivant étudiera l'effet des vieillissements VA et VN sur le comportement en cisaillement de cette interface.

4.2.2. Résultats d'essais de double cisaillement de l'interface PRFC/béton

Les éprouvettes pour l'essai de double cisaillement sont plus volumineuses que les dallettes pour l'essai d'arrachement et cela nous a contraint à limiter le nombre de vieillissements accélérés pour rester compatibles avec la taille des enceintes et bacs dont nous disposions. En outre, Cabral-Fonseca et al (2018) et Sen (2015) ont rapporté qu'une condition avec une haute température et une humidité élevée est plus sévérisée pour l'interface composite/béton. En conséquence, la condition (V6) avec une température de 60°C et une humidité de 100% HR (immersion) a été sélectionnée pour le vieillissement accéléré. Le vieillissement naturel (VN) à l'extérieur du laboratoire a aussi été effectué pour les échéances de 1 an et 2 ans. Les surfaces des blocs de béton avant renforcement ont été traitées par ponçage.

4.2.2.1. Observation de modes de rupture

Comme le montre la Figure 195, aucune rupture du PRFC n'a pas été observée, quelles que soient l'échéance et la condition de vieillissement, et la rupture provient de l'interface PRFC/béton ou du béton lors de l'essai de double cisaillement. Pour l'éprouvette de référence T0 (aucun vieillissement), la rupture est une rupture cohésive dans le béton avec un grand cône de béton arraché collé au composite (Figure 195a). Le transfert de charge du béton au PRFC est bon et assure la bonne qualité de l'adhésion PRFC/béton. Pour les échantillons immergés à 60°C, une rupture 100% adhésive entre la résine époxyde TFC et la surface de béton a été observée. En effet, la pénétration des molécules d'eau dans l'interface PRFC/béton plastifie la matrice et dégrade la liaison physico-chimique entre la résine époxyde TFC et la surface de béton (Sen, 2015) (Cabral-Fonseca et a, 2018) (Bruneaux, 2004) (Houhou, 2012) (Hallonet, 2016).

Pour le VN, la rupture, initialement cohésive dans le béton devient une rupture mixte après 2 ans de vieillissement. La taille du cône béton arraché a diminué de T0 à VN – 2 ans. La surface collée est relativement faible (60 x 200 mm^2), donc les molécules d'eau peuvent facilement migrer sur la totalité de l'interface. Ce processus conduit à une dégradation significative de l'adhérence PRFC/béton (Houhou, 2012) (Karbhari et Ghosh, 2009).

(a)

(b)

(c)

(d)

Figure 195 : Evolution de modes de rupture (a) T0, (b) V6-T24 mois, (c) VN-1 an,(d) VN-2 ans

4.2.2.2. Comportement global

La Figure 196 présente l'évolution des charges à rupture pour les conditions V6 et VN. Pour les échantillons immergés à 60ºC, la charge à rupture diminue de 55% par rapport à T0. L'accélération de la cinétique de sorption d'eau sous V6 se répercute sur la dégradation de la liaison chimique entre le PRFC et le béton. Le vieillissement naturel (VN) induit une légère diminution de la charge à rupture par rapport à T0, en lien avec la dégradation de l'interface PRFC/béton (paragraphe 4.2.2.1) et une faible diminution des propriétés mécaniques du béton (paragraphe 4.1.3).

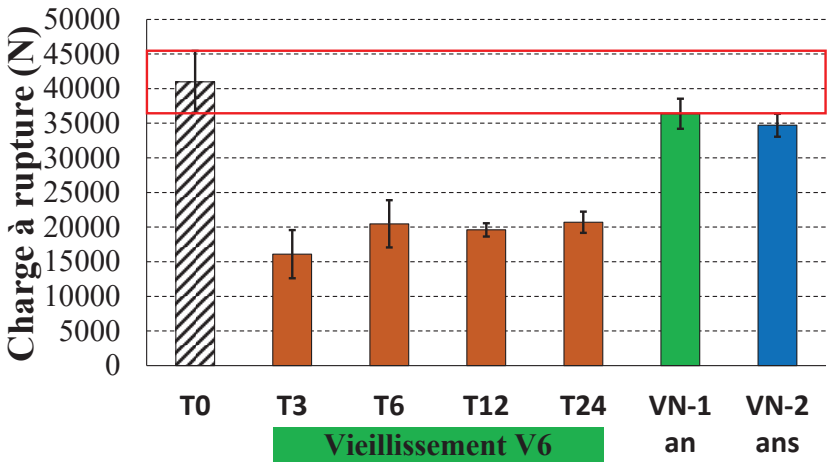


Figure 196 : Evolution des charges à rupture

Les comportements du joint époxyde en cisaillement pour les vieillissements V6 et VN sont montrés à la Figure 197a,b. Pour faciliter la comparaison entre les différentes conditions, chaque courbe de comportement est divisée en trois phases : la première phase élastique (I), une deuxième phase non linéaire (II), la troisième phase associée à rupture progressive de l'interface (III) (Figure 197c) (Huo et al, 2016), (Hallonet, 2016).

(γ_e, τ_e) est le point de fin de zone élastique

(γ_a, τ_a) marque le début de la phase III

(γ_u, τ_u) correspond à la rupture de l'éprouvette

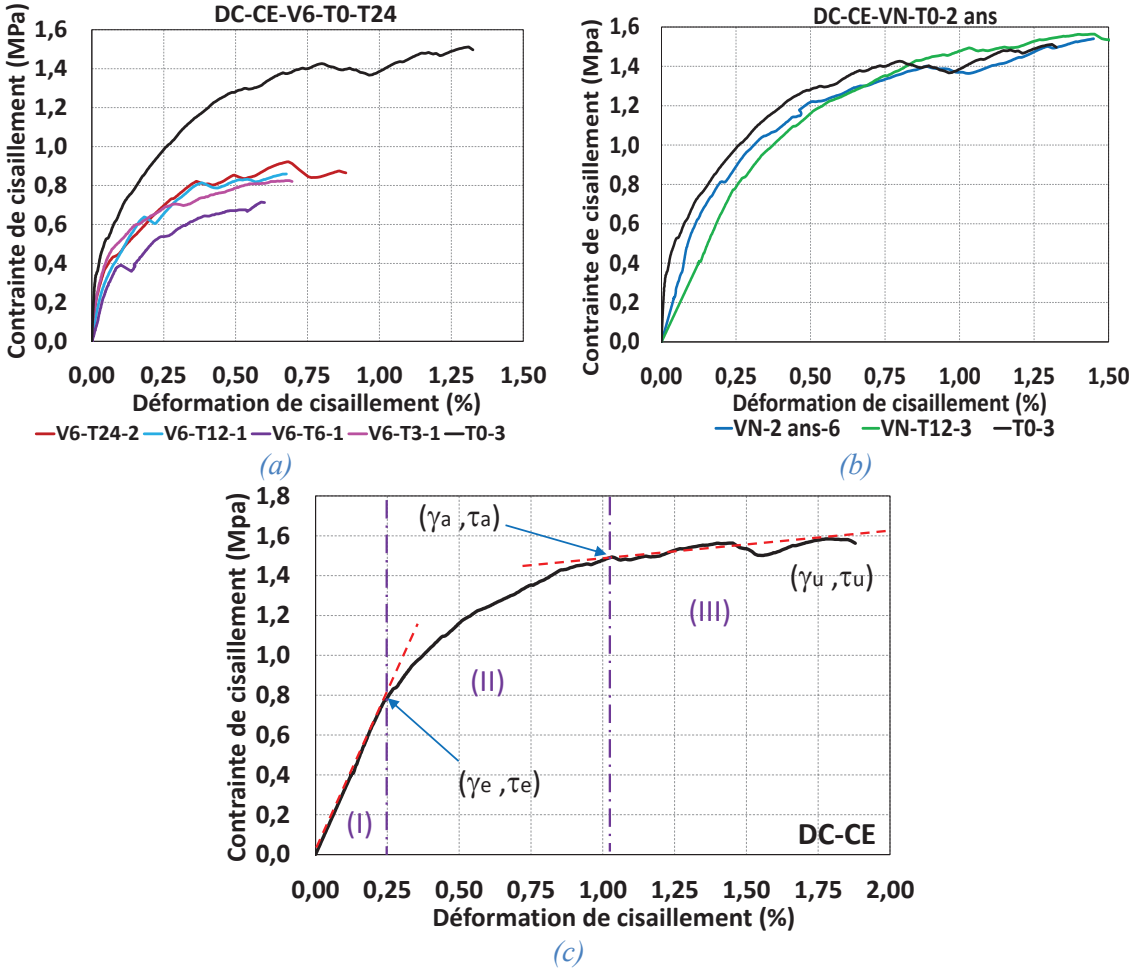
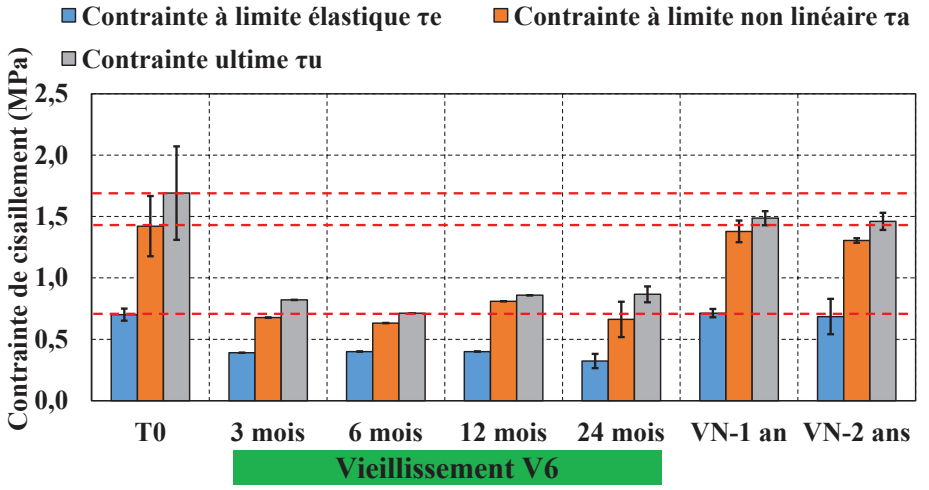


Figure 197 : Comportement du joint époxyde en cisaillement: (a) pour V6 (b) pour VN (c) définition des points caractéristiques

La Figure 198 montre les évolutions des trois points caractéristiques du comportement d'un joint époxyde pour V6 et VN. Le vieillissement V6 entraîne une forte diminution de ces contraintes dès 3 mois tandis que le VN ne provoque qu'une diminution légère de ces trois contraintes. Il en va de même pour les trois déformations de cisaillement γ_e, γ_a et γ_u. Malgré la polymérisation rapide de la résine époxyde à 60ºC au début du vieillissement (Cromwell et al, 2011) (Hallonet, 2016), la dégradation de l'interface PRFC/béton expliquée précédemment provoque une réduction significative de la contrainte et de la déformation de cisaillement.

Pour le vieillissement VN, la diminution légère des contraintes et déformations de cisaillement est expliquée par la dégradation de l'interface PRFC/béton (paragraphe-4.2.2.1). Nguyen (2013) a proposé que la photo-oxydation par l'UV et la réticulation du réseau résiduel de la matrice entrainent une fragilisation de la résine époxyde, donc la déformation de cisaillement ultime sous le vieillissement VN a tendance à diminuer légèrement de T0 à 2 ans.

(a)



(b)

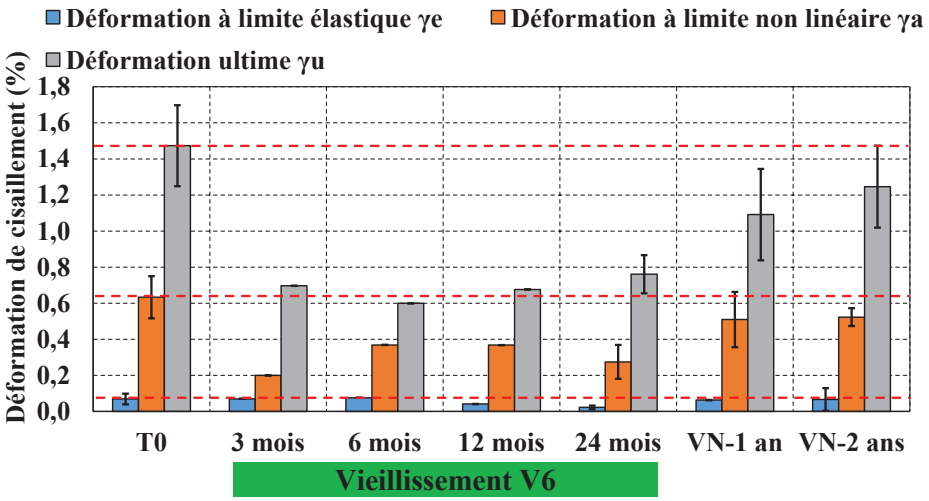


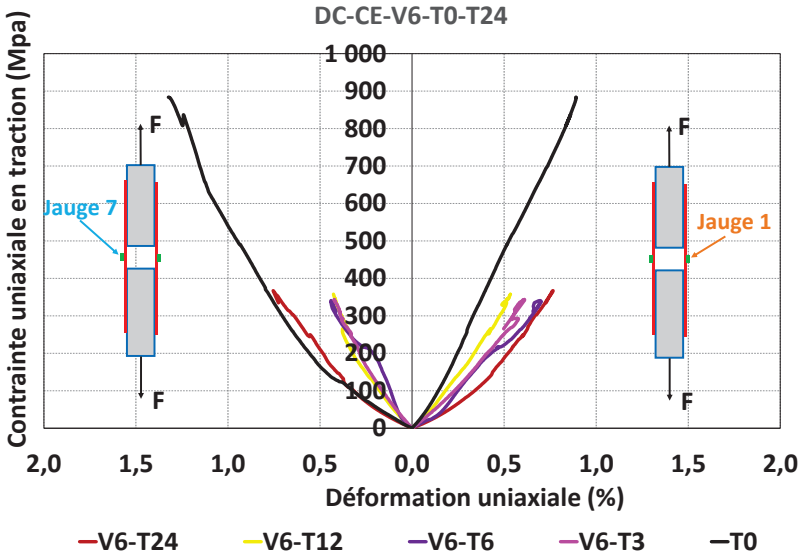
Figure 198: Evolution de trois points caractéristiques pour deux vieillissements V6 et VN: (a) évolution de la contrainte de cisaillement (b) évolution de la déformation de cisaillement

Malgré la rotation régulière des éprouvettes de double cisaillement (tous les 2 mois) pour le VN et l'exposition des deux surfaces renforcées des échantillons à l'eau à 60ºC, il est impossible de contrôler une même dégradation sur les deux interfaces PRFC/béton. Par conséquent, l'analyse du degré de la symétrie sur les courbes contrainte/déformation uniaxiale de PRFC permet d'observer la répartition des charges et le transfert des charges du béton au PRFC par le joint époxyde et l'hétérogénéité du vieillissement. Cette analyse a été effectuée grâce aux données des jauges J1 et J7 placées symétriquement au centre de la plaque PRFC.

La Figure 199a présente les courbes contraintes/déformations uniaxiales pour l'échantillon de référence (T0) et les éprouvettes exposées au vieillissement V6. La courbe est dissymétrique à T0, symétrique pour les V6. L'éprouvette T0 montre une répartition non uniforme du chargement et présente une faible adhérence PRFC/béton du côté de la jauge 7. La plus grande symétrie de la condition V6 confirme une dégradation régulière de l'interface PRFC/béton lors de ce vieillissement. De plus, la pente des courbes du vieillissement V6 diminue progressivement de T3 mois à T24 mois et cette tendance est liée à l'augmentation de la plastification du joint époxyde et du composite PRFC en fonction du temps.

En revanche, les courbes sont dissymétriques pour VN-1 an à VN-2 ans. Malgré la rotation des éprouvettes de double cisaillement tous les 2 mois, une surface a pu être soumise à une météo plus clémente, par exemple, celle des mois de juin à septembre où la température moyenne est plus élevée (environ 30°C). Ensuite, une autre surface a pu être exposée à un climat plus défavorable, par exemple, durant les mois d'octobre à novembre où la plus grande précipitation mensuelle cumulée de l'année 140,2 mm a été enregistrée. La contrainte maximale en traction du composite PRFC est similaire mais la pente de courbes diminue d'un an à deux ans du VN.

(a)



(b)

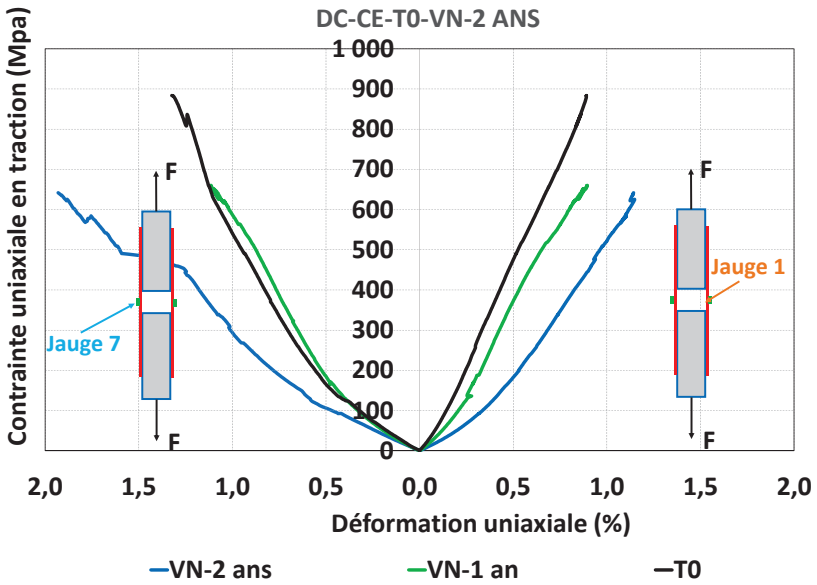


Figure 199 Evolution du comportement de PRFC: (a) T0 et vieillissement V6 (b) T0 et vieillissement VN

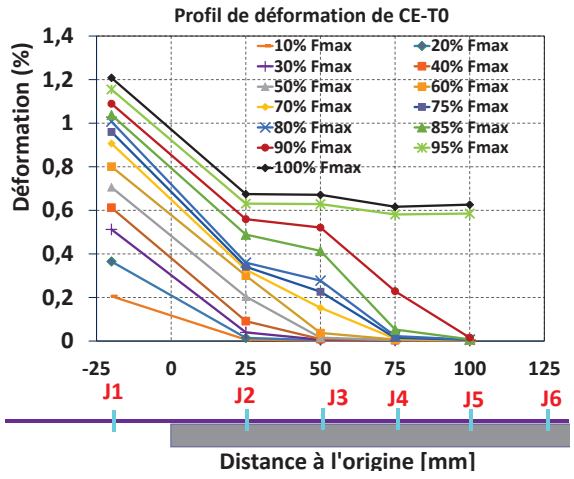
4.2.2.3. Comportement local

La Figure 200 présente les évolutions de la déformation de cisaillement et de la contrainte de cisaillement locale pour les deux conditions V6 et VN. En observant les profils de la déformation de cisaillement local, la rupture de l'interface PRFC/béton se propage de l'intérieur vers l'extérieur le long de la longueur de collage du PRFC (Figure 200a-d).

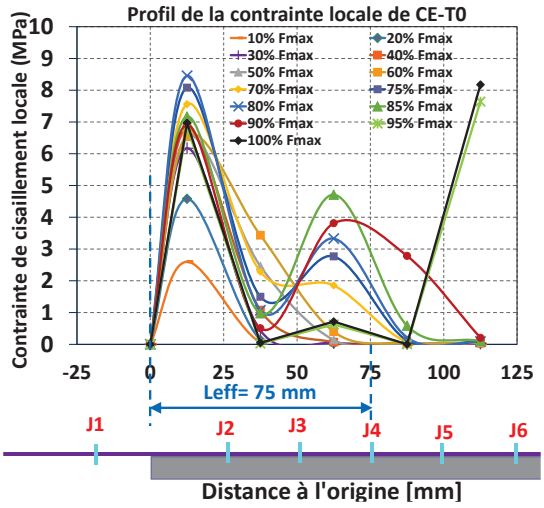
La longueur d'ancrage efficace L_{eff} de l'éprouvette de référence T0 (aucun vieillissement) est définie de la façon suivante (paragraphe 2.3.3.6.2) :

La L_{eff} de l'éprouvette de référence T0 est de 75 mm (endommagement) en effet on a sélectionné les courbes de la contrainte de cisaillement local de 60%, 70% Fmax (Force ultime) parce qu'elles présentent une forme de distribution plus étalée. Pour la courbe à 60% Fmax, la distance de distribution de la contrainte de cisaillement est entre 0 mm et 75 mm. La courbe de 70% Fmax montre un élargissement de distribution jusqu'à 87,5 mm (Figure 200e). En raison de l'endommagement du joint de colle, la distance de 75 mm n'est plus suffisante pour reprendre la charge de 70% Fmax.

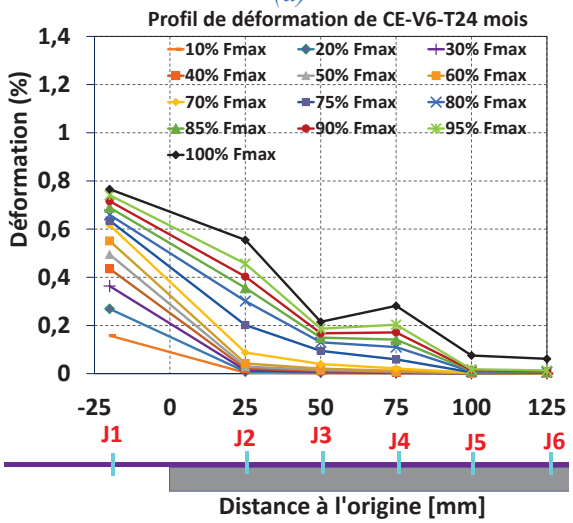
Dans le cas du V6 à l'échéance de T24 mois, on détermine une L_{eff} de 50 mm (Figure 200f). De T0 à T24 mois, la dégradation de l'interface PRFC/béton par détérioration de la liaison chimique matrice/béton explique la réduction de la L_{eff}.



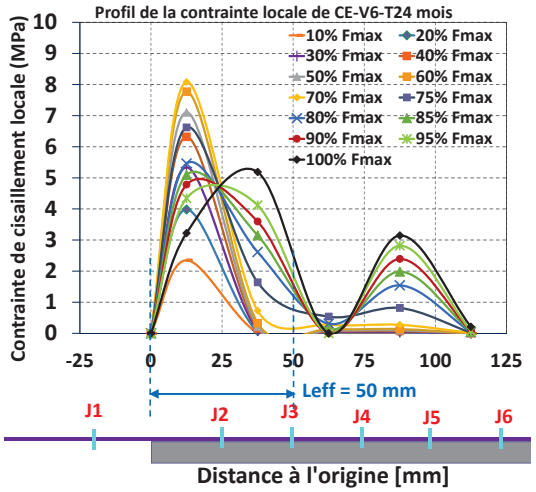
(a)



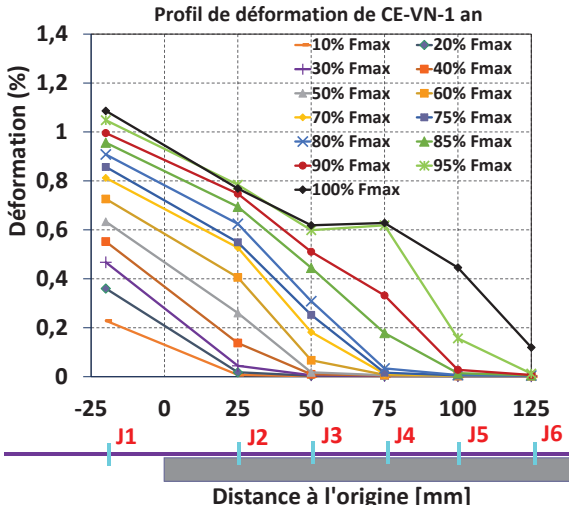
(e)



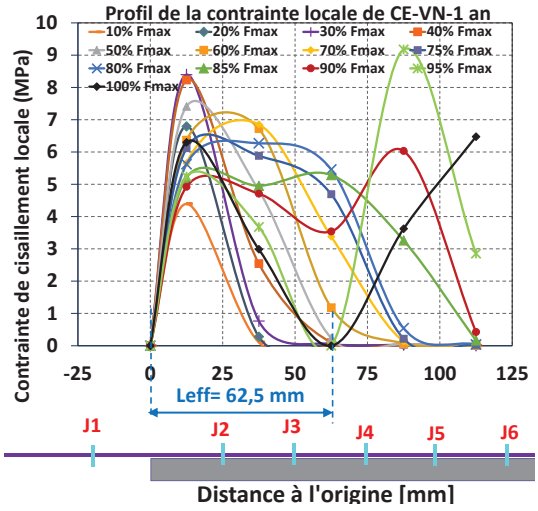
(b)



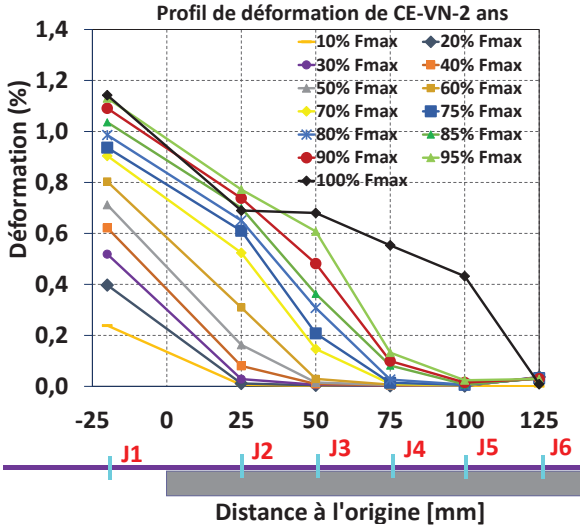
(f)



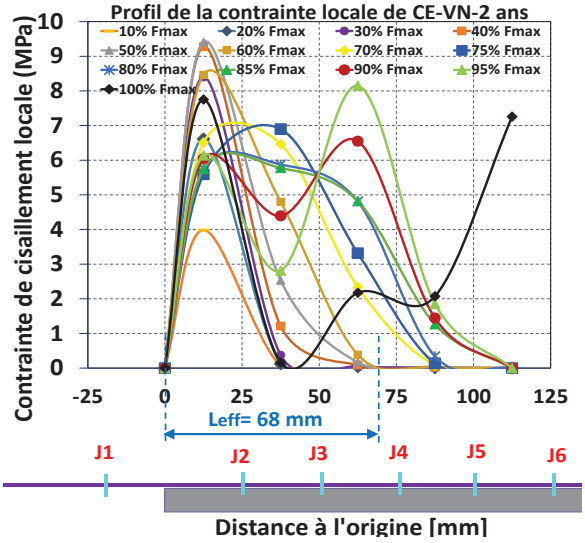
(c)



(g)



(d)



(h)

Figure 200 Evolution des profils de la contrainte de cisaillement locale et des profils de la déformation locale pour deux vieillissement V6 et VN

Pour les éprouvettes exposées au vieillissement VN d'un an à deux ans, la longueur d'ancrage passe de 62,5 mm (VN-1 an) à 68 mm (VN-2 ans) et ces valeurs sont plus faibles que celle de T0. Une réduction de la déformation ultime du composite PRFC (Figure 136c) par la fragilisation de la matrice ci-dessus peut expliquer la diminution légère de la L_{eff}.

4.2.2.4. Comparaison des résultats entre le VN- 2 ans et les V6

Le Tableau 45 présente les facteurs d'accélération (FA) calculés pour les trois contraintes et déformations de cisaillement caractéristiques ainsi que la force ultime. Le vieillissement VN est pris comme référence. Hormis pour γ_e, dès 3 mois, les FA sont très supérieurs à 1. Il semble que la dégradation de l'interface PRFC/béton sous la condition V6 soit beaucoup plus rapide que celle pour la condition VN–2ans. Seule la déformation de cisaillement à la limite élastique du vieillissement V6 à 3 mois et 6 mois est comparable à celle après 2 ans du vieillissement VN. Une faible pénétration d'eau à l'interface PRFC/béton explique la dégradation moins importante sous la condition VN tandis que la diffusion d'eau à l'interface PRFC/béton, accélérée par la température de 60°C, conduit à une dégradation rapide de cette interface.

Tableau 45 – Facteur d'accélération entre le V6 et le VN- 2 ans

Facteur d'accélération	T3 mois	T6 mois	T12 mois	T24 mois
Force à rupture	2,156	1,696	1,771	1,676
Contrainte à limite élastique	1,757	1,713	1,713	2,121
Contrainte à limite non linéaire	1,927	2,064	1,611	1,970
Contrainte ultime	1,779	2,051	1,699	1,686
Déformation à limite élastique	**0,953**	0,878	1,608	2,944
Déformation à limite non linéaire	2,617	1,419	1,422	1,904
Déformation ultime	1,789	2,077	1,842	1,638

4.2.2.5. Résumé des essais de double cisaillement

L'essai de double cisaillement permet de caractériser les différents résultats du vieillissement de l'interface PRFC/béton sous les deux conditions V6 et VN.

Pour le vieillissement V6, la dégradation de l'interface PRFC/béton par la diffusion d'eau à 60°C est évidente après 3 mois du vieillissement. Malgré la post-réticulation des joints époxydes à 3 mois, il semble que l'accélération de la cinétique de sorption d'eau est privilégiée dès 3 mois et qu'elle conduit à une dégradation rapide de l'interface PRFC/béton.

Lors du vieillissement VN, une fragilisation de la résine époxyde et la pénétration de l'eau par les côtés de la bande PRFC entrainent une dégradation significative de l'interface PRFC/béton qui se manifeste par une rupture mixte.

4.2.3. Conclusion des résultats d'essai de l'interface PRFC/ béton

Le Tableau 51 récapitule les principaux résultats des essais sur l'interface PRFC/béton pour toutes les conditions du vieillissement, en précisant les principales causes supposées (***texte en gras***). Pour l'essai d'arrachement PRFC/béton, plus la rugosité du béton est grande, plus la résistance à l'arrachement est élevée. Une plus grande rugosité permet de retarder la dégradation de l'interface PRFC/béton sous un vieillissement hygrothermique V4. Pour les deux types d'essai, la condition V6 (60°C, 100%HR) est une condition sévérisée pour le vieillissement de l'interface PRFC/béton en raison de la plus grande cinétique de sorption d'eau.

Le vieillissement naturel entraine une dégradation légère de l'interface PRFC/béton. Les facteurs d'accélération permettent de corréler respectivement les résistances à l'arrachement PRFC/béton de VN 2 ans et 3 ans à celles de V3-6mois et V5-3mois. En effet, les conditions V3 et V5 ont réduit le temps de vieillissement en comparaison du vieillissement VN pour avoir un même niveau de dégradation. Pour le cisaillement de l'interface PRFC/béton, la condition V6 sur 4 échéances présente une dégradation plus forte que le vieillissement VN-2ans.

Tableau 46 – Synthèse des résultats principaux des essais de l'interface PRFC/béton

Condition	**Traitement de surface du béton**	**Essai**	**Evolution principale**
V1 (20°C, 50% HR)	Ponçage	Essai d'arrachement	- Rupture cohésive dans le béton (M1) - Pas d'évolution de la résistance à l'arrachement
V3 (60°C, 50% HR)	Ponçage	Essai d'arrachement	- Rupture cohésive dans le béton (M1) - Pas d'évolution de la résistance à l'arrachement
V5 (60°C, 75% HR)	Ponçage	Essai d'arrachement	- Rupture cohésive dans le béton (M1) - Réduction de 30 % de la résistance à l'arrachement ***- Dégradation de la zone de mélange ciment/résine par l'humidité modérée***
V2 (20°C, 100% HR)	Ponçage	Essai d'arrachement	- Décollement PRFC/béton (M3) - Réduction de 50 % de la résistance à l'arrachement ***- Dégradation de l'interface PRFC/béton par sorption d'eau***
V4 (40°C, 100% HR)	Aucun traitement Ponçage Sablage	Essai d'arrachement	✓ *Vieillissement 24 mois* - Décollement PRFC/béton (M3) - Réduction de 30 % de la résistance à l'arrachement ***- Dégradation de l'interface PRFC/béton par sorption d'eau*** ***- Réticulation lente des joints époxydes à 40°C*** ✓ *Vieillissement 1 mois, 2 mois, 4 mois* ***Surface de béton poncée*** - Changement rapide de la rupture cohésive M1 au Décollement PRFC/béton (M3) - Réduction faible de la résistance à l'arrachement ***- Dégradation de l'interface PRFC/béton par sorption d'eau*** ***Surface de béton sablée*** - Changement lent de la rupture cohésive M1 à rupture mixte (M2a) - Augmentation de 30% de la résistance à l'arrachement ***- Augmentation de l'adhésion mécanique par plus grande rugosité*** ***Surface de béton naturelle***

Condition	Traitement de surface du béton	Essai	Evolution principale
			- Changement lent de la rupture cohésive M1 à une rupture mixte (M2a) - Augmentation de 30% de la résistance à l'arrachement ***- Hydratation du ciment et réticulation lente de la matrice du mélange ciment/résine TFC***
V6 (60ºC, 100% HR)	Ponçage	Essai d'arrachement Essai de double cisaillement	✓ *Essai d'arrachement* - Décollement PRFC/béton (M3) - Réduction de 60 % de la résistance à l'arrachement ***- Forte dégradation de l'interface PRFC/béton par sorption d'eau à 60ºC*** ✓ *Essai de double cisaillement* - Décollement PRFC/béton (M3) - Forte réduction des contraintes et des déformations de cisaillement - Diminution de la longueur d'ancrage par rapport à T0 par un durcissement de la résine époxyde TFC ***- Forte dégradation de l'interface PRFC/béton par sorption d'eau à 60ºC***
VL (condition ambiante	Aucun traitement Ponçage Sablage	Essai d'arrachement	***Surface de béton poncée*** - Rupture cohésive dans le béton (M1) - Pas d'évolution de la résistance à l'arrachement ***Surface de béton sablée*** - Rupture cohésive dans le béton (M1) - Augmentation de la résistance à l'arrachement par ***l'amélioration de l'adhésion mécanique*** ***Surface de béton naturelle*** - Rupture cohésive dans le béton (M1) - Augmentation de la résistance à l'arrachement par ***la polymérisation de la matrice du mélange ciment/résine TFC***
VN	Ponçage	Essai d'arrachement	✓ *Essai d'arrachement* - Rupture cohésive dans le béton (M1) - Réduction légère de la résistance à l'arrachement

Condition	Traitement de surface du béton	Essai	Evolution principale
		Essai de double cisaillement	***- Faible diminution des propriétés mécaniques du béton*** ✓ *Essai de double cisaillement* - Rupture mixte du décollement PRFC/béton avec un petit cône du béton arraché - Réduction significative des contraintes et des déformations de cisaillement - Diminution légère de la longueur d'ancrage efficace par rapport à T0 ***- Dégradation de l'interface PRFC/béton par pénétration d'eau à partir des côtés de PRFC*** ***- Fragilisation de la résine époxyde en raison de la photo-oxydation par UV et de la réticulation de la résine TFC***

4.3. RESULTATS DES ESSAIS DE L'INTERFACE PRFL/BETON

Le paragraphe 4.2 a résumé et analysé les résultats obtenus sur le vieillissement de l'interface entre le béton et le composite traditionnel à base de fibres de carbone et de la résine époxyde TFC (PRFC). Ce paragraphe étudie les résultats de l'interface entre le béton et un composite innovant à base de fibres de lin et de la résine bio sourcée (PRFL) sous les mêmes conditions et échéances de vieillissement. La première partie analyse les résultats obtenus grâce à l'essai d'arrachement PRFL/béton et la deuxième partie est consacrée aux résultats sur le cisaillement de l'interface PRFL/béton.

4.3.1. Résultats de l'essai d'arrachement PRFL/béton

L'analyse de la rugosité de surface du béton, de la résistance en compression et de la résistance à l'arrachement du béton seul sous les différents vieillissements a été réalisée dans le paragraphe 4.2.1. Ce chapitre est donc consacré uniquement aux résultats d'arrachement PRFL/béton du projet ANR MICRO à long terme et à l'influence de la rugosité de surface sur le vieillissement de l'interface PRFL/béton à court terme.

4.3.1.1. Résultats de l'essai d'arrachement PRFL/ béton

4.3.1.1.1. Analyse des résultats à long terme du projet ANR MICRO

La surface des dallettes soumises aux diverses conditions du vieillissement du projet ANR MICRO a été traitée par ponçage grâce à une scie diamantée.

- ***Mode de rupture***

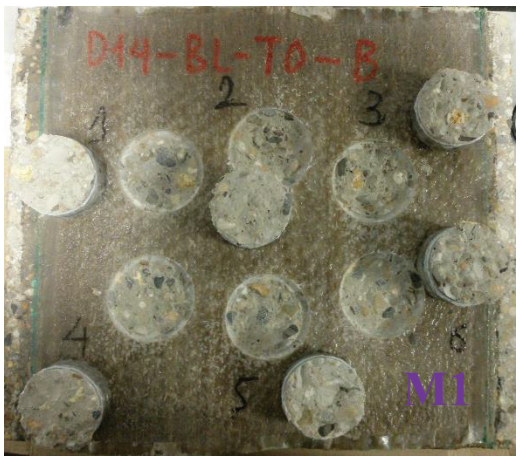
Les résultats de ce paragraphe concernent les modes de rupture après 24 mois de vieillissements accélérés (VA) et après 2 ans et 3 ans de vieillissement naturel (VN). En

observant chaque dallette, il semble que l'échantillon non vieilli (Figure 207a) a tendance à jaunir et à devenir de plus en plus orange au cours du vieillissement (Figure 207b-d). L'oxydation de la matrice sous les conditions de VA à température élevée explique ce changement de couleur du PRFL (paragraphe 4.2.1.1.1).

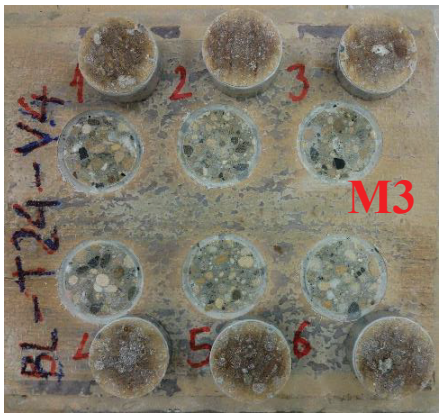
Pour les deux conditions V1 (20ºC, 50% HR) et V3 (60ºC, 50% HR), il existe seulement un mode de rupture cohésive dans le béton (M1) comme celui de l'éprouvette de référence (aucun vieillissement) (Figure 201a). L'humidité modérée de 75% de la condition V5 (60ºC, 75% HR) provoque une modification du mode de ruine : d'une rupture cohésive dans le béton (M1) à T12 mois de vieillissement, on passe à une rupture mixte M2a à T24 mois de vieillissement (Figure 201c). Dans les conditions d'immersion des dallettes dans l'eau pour V2 (20ºC, 100% HR), V4 (40ºC, 100% HR) et V6 (60ºC, 100% HR), un seul mode de rupture adhésive résine/surface de béton M3 a été obtenu (Figure 201b,d). Le changement du mode de rupture mixte M2a pour la condition V5 à M3 pour les conditions (V2, V4, V6) confirme que l'immersion est une condition sévérisée menant à une dégradation rapide de l'adhésion PRFL/béton (paragraphe 1.2.6.1).

Les dallettes exposées au VN montrent globalement une rupture cohésive M1 dans le béton. De 1 an à 3 ans de VN, la proportion de la rupture mixte M2a varie de 20% à 25%. Les conditions du VN (les cycles humidité ou température, l'oxydation, la photo-oxydation) provoquent non seulement une dégradation légère de l'interface PRFL/béton mais aussi une modification de la couleur (de plus en plus orange) du composite PRFL de renforcement (Figure 207e-g) (Cabral-Fonseca et al, 2018) (Sen, 2015).

(a)



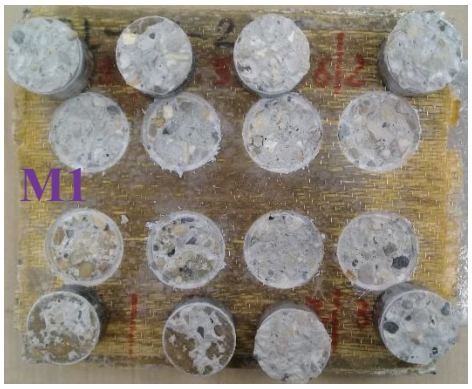
(b)



(e)

(c)

(f)



(d)

(g)

Figure 201 : Facies de rupture après les essais d'arrachement sur PRFL/béton :(a) T0, (b) (c) (d) VA : V4 V5 V6, (e) (f) (g) VN de 1 an, 2 ans, 3 ans

- ***Evolution de la résistance à l'arrachement***

La Figure 202a présente les valeurs de la résistance à l'arrachement des éprouvettes non vieillies obtenues par les deux laboratoires du projet ANR MICRO. La variation entre les deux laboratoires est assez faible (8,8%) et une résistance à l'arrachement moyenne de 3,91 MPa avec un écart-type de 0,36 MPa a été obtenue.

- Pour la condition V1 (20ºC, 50% HR), la résistance à l'arrachement à 24 mois est proche de celle de T0. Pendant ces durées, avec l'humidité et la température de cette condition, l'interface PRFL/béton ne semble pas dégradée.

- Concernant les échantillons exposés à 60ºC dans l'air-V3 (60ºC, 50% HR), une diminution de 25% de la résistance à l'arrachement est observée. La variation de la qualité du béton (paragraphe 4.1.3) peut expliquer cette évolution.

- Sous la condition V5 (60ºC, 75% HR), une diminution de 20% de la résistance à l'arrachement est obtenue après 24 mois. Comme pour l'interface PRFC/béton, la température élevée de 60ºC et l'humidité relative modérée 75% provoquent une dégradation de l'interface PRFL/béton (paragraphe 4.2.1.1.1). Mais ici, l'absorption d'eau par les fibres de lin a aussi contribué à la dégradation de cette interface (Hallonet, 2016). Une modification du mode de rupture et une réduction de cette résistance sont notées après 24 mois de vieillissement.

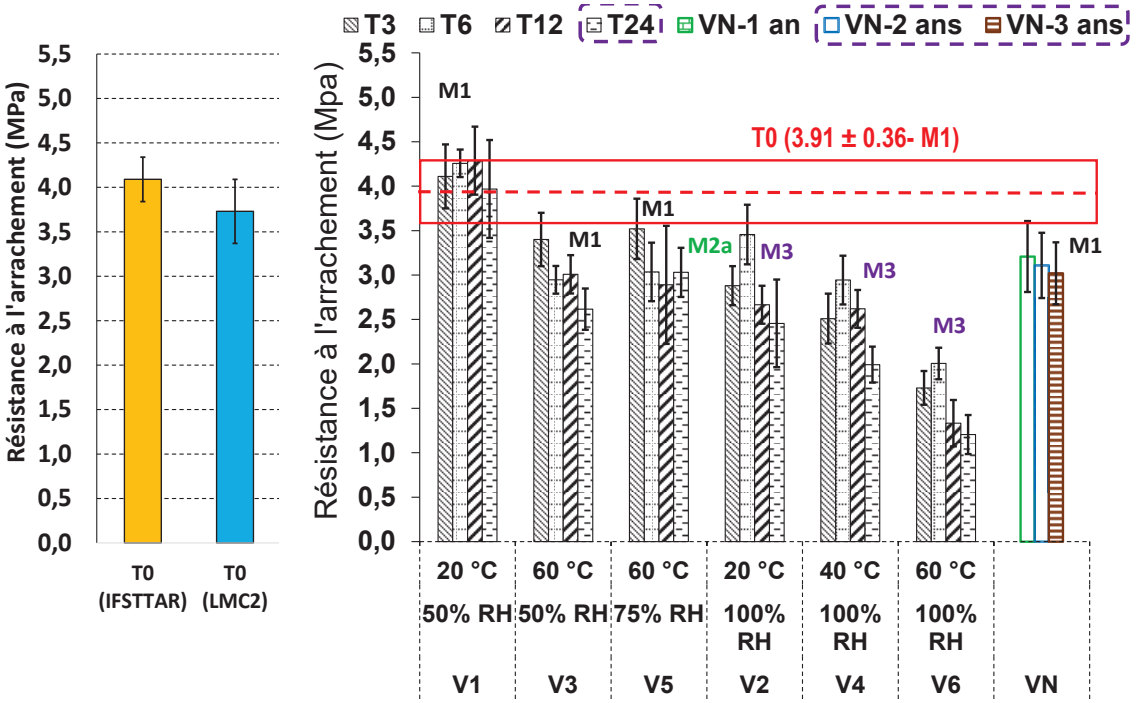
- Avec V2 (20ºC, 100% HR), la résistance à l'arrachement diminue de 35% après 24 mois. Pour cette température, la polymérisation de la matrice est lente (paragraphe 1.2.2.2), donc la dégradation de l'interface PRFL/béton provient de la diffusion de l'eau à cette interface.

- La condition V4 (40ºC, 100% HR) provoque une diminution de 50% de la résistance à l'arrachement après 24 mois de vieillissement. L'absorption d'eau par les fibres de lin expliquée précédemment induit une plus grande réduction de cette résistance par rapport à la condition V2.

- Une forte diminution de 70% de la résistance à l'arrachement est obtenue après 24 mois du vieillissement V6 (60ºC, 100% HR). La plus grande cinétique de diffusion d'eau à cette température produit une forte dégradation de l'interface PRFL/béton en comparaison avec V4 (Tableau 38).

En résumé, l'absorption d'eau par les fibres de lin (Azwa et al, 2013) (Yan et al, 2014) et la cinétique de diffusion d'eau correspondant à chaque condition (Tableau 38) entrainent une réduction progressive de la résistance à l'arrachement PRFL/béton suivant l'ordre V5, V2, V4, V6. La condition V6 est la condition la plus sévère.

Les dallettes exposées à l'extérieur de 1 an à 3 ans montrent une chute légère de la résistance à l'arrachement par rapport à T0 mais leur rupture reste cohésive dans le béton. Cette réduction est expliquée par une dégradation légère du béton exposé au vieillissement VN (paragraphe 4.1.3).



(a) *(b)*

Figure 202 : a) Comparaison de la résistance à l'arrachement à T0 entre les deux laboratoires (b) Evolution de la résistance à l'arrachement sous les diverses conditions de vieillissement

- ***Comparaison de VN et VA***

La comparaison entre les résultats de VN de 1 à 3 ans avec ceux de VA de 3 mois à 24 mois est réalisée de la même façon que pour l'interface PRFC/béton. Le Tableau 47 présente les facteurs d'accélération (FA) entre les VN de 1 à 3 ans par rapport aux divers vieillissements accélérés de 3 mois à 24 mois. Une première comparaison entre les résultats des VN–1 an et VA a montré que le résultat du VN–1 an est corrélé à ceux de V3 à 3 mois, V5 à 6 mois, V2 et V4 à 6 mois de vieillissement. Toutefois, les FA de V3 à 3 mois, V5 à 6 mois sont plus proches de 1.

Les FA de VN de 2 ans et 3 ans les plus proches de 1 sont obtenus pour les conditions V3 (60ºC, 50% HR) à 12 mois et V5 (60ºC, 75% HR) à 6 mois. Sous V3, la réduction de la résistance à l'arrachement provient de la variation de la qualité de béton. Pour la condition V5, l'insertion de molécules d'eau à l'interface PRFL/béton en raison de 75% d'humidité provoque non seulement la détérioration de la liaison chimique entre la résine bio-sourcée et les granulats et le ciment (paragraphe 1.1.3.1) mais également des gonflements différents entre le béton et le PRFL (Hallonet, 2016). Pour le vieillissement VN de 2 ans et 3 ans, la dégradation du béton justifie la baisse de la résistance à l'arrachement. La condition V5 (60ºC, 75%HR) réduit le temps de vieillissement pour atteindre une même dégradation de l'interface PRFL/béton qu'avec les VN de 2 ans et 3 ans.

Tableau 47 – Facteurs d'accélération de VN de 1 à 3 ans par rapport aux VA de 3 mois à 24 mois pour l'interface PRFL/béton

Vieillissement naturel	Condition du vieillissement	T3 mois	T6 mois	T12 mois	T24 mois
1 an	V1 (20ºC, 50%HR)	0,781	0,754	0,748	0,809
	V3 (60ºC, 50%HR)	**0,944**	**1,089**	**1,067**	1,226
	V5 (60ºC, 75%HR)	**0,911**	**1,057**	1,110	**1,059**
	V2 (20ºC,100%HR)	1,114	**0,928**	1,203	1,307
	V4 (40ºC, 00%HR)	1,278	**1,090**	1,225	1,611
	V6 (60ºC,100%HR)	1,855	1,600	2,406	2,663
2 ans	V1 (20ºC, 50%HR)	0,756	0,730	0,725	0,783
	V3 (60ºC, 50%HR)	**0,914**	**1,055**	**1,033**	1,188
	V5 (60ºC, 75%HR)	0,883	**1,024**	**1,076**	**1,026**
	V2 (20ºC,100%HR)	**1,079**	**0,899**	1,166	1,266
	V4 (40ºC, 00%HR)	1,238	**1,056**	1,186	1,561
	V6 (60ºC,100%HR)	1,797	1,550	2,331	2,580
3 ans	V1 (20ºC, 50%HR)	0,735	0,709	0,704	0,761
	V3 (60ºC, 50%HR)	0,888	**1,025**	**1,004**	1,154
	V5 (60ºC, 75%HR)	0,858	**0,995**	**1,045**	**0,997**
	V2 (20ºC,100%HR)	**1,049**	0,874	1,133	1,230
	V4 (40ºC, 00%HR)	1,203	**1,026**	1,153	1,516
	V6 (60ºC,100%HR)	1,746	1,506	2,265	2,506

4.3.1.1.2. Analyse de l'influence de l'état de surface du béton sur le vieillissement de l'interface PRFL/béton

- ***Mode de rupture de l'interface composite/béton***

La Figure 203 présente le faciès de rupture des dallettes soumises aux vieillissements VL et V4. Pour le vieillissement VL, seul un mode de rupture cohésive dans le béton (M1) a été obtenu. La faible humidité de la condition ambiante ne provoque pas une dégradation de l'interface PRFL/béton (paragraphe 4.2.1.1.2).

Dans le cas des dallettes renforcées immergées à 40ºC (V4), les évolutions des modes de rupture de l'interface PRFL/béton sont similaires à celles de l'interface PRFC/béton. La rupture, cohésive dans le béton (M1) à T0, devient adhésive entre la résine bio-sourcée et le béton poncé dès T1 mois en raison de la dégradation des liaisons chimiques de l'interface PRFL/béton (paragraphe 4.2.1.1.2). Pour les deux autres états NA et SB, la modification du mode de rupture cohésive dans le béton (M1) (T0 –T1 mois-T2 mois) à un mode de rupture mixte (M2a) se fait plus tardivement, à T4 mois. En référence au paragraphe 4.2.1.1.2, le collage d'une couche de PRFL sur la surface de l'état NA crée aussi une zone de mélange entre la résine bio-sourcée et la matrice cimentaire. L'hydratation du ciment et une faible plastification de la résine bio-sourcée retardent le vieillissement de l'interface PRFL/béton. Par ailleurs, le remplissage des creux de la surface de l'état SB par la résine bio-sourcée augmente l'adhésion mécanique de l'interface PRFL/béton et empêche le transport capillaire de l'eau le long de l'interface comme le cas de l'interface PRFC/béton. Par conséquent, la dégradation des liaisons chimiques entre la résine bio-sourcée et la surface SB est plus lente et le changement du mode de rupture se passe plus tardivement.

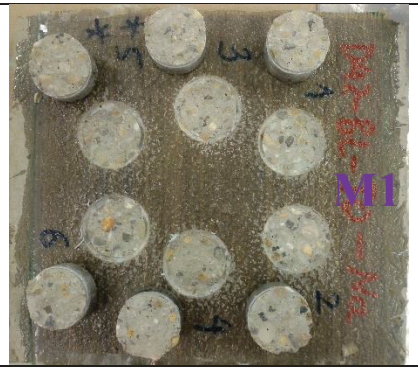
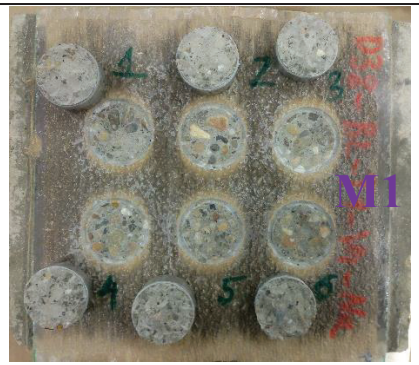
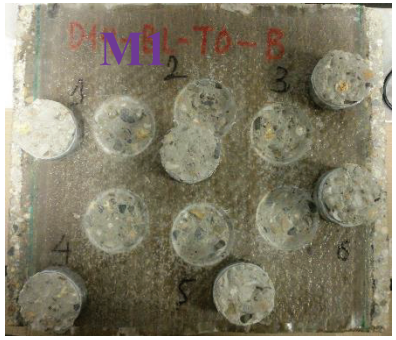
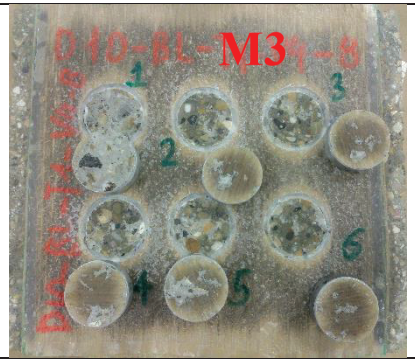
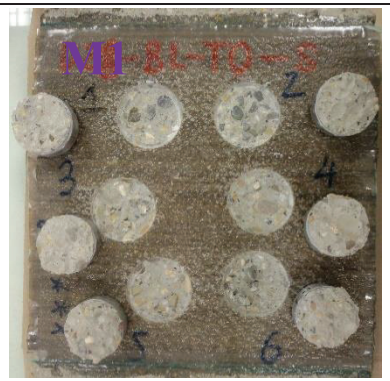
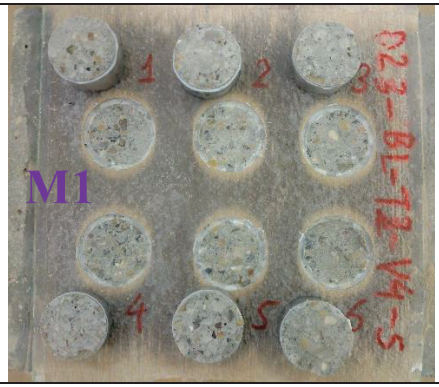
Etat	T0, T1 mois-VL, T2 mois-VL, T4 mois-VL	T1 mois-V4	T2 mois-V4	T4 mois-V4
NA aucun traitement				
PO ponçage				
SB sablage				

Figure 203 : Evolution des modes de rupture des dallettes exposées aux vieillissements VL et V4

- ***Evolution de la résistance à l'arrachement***

La Figure 204 présente l'évolution de la résistance à l'arrachement de l'interface PRFL/béton pour le vieillissement V4. Pour l'état PO, la résistance à l'arrachement varie peu malgré un changement du mode de rupture de M1 à M3 après seulement un mois de vieillissement. Cette tendance est expliquée par la dégradation de la liaison chimique entre la résine bio sourcée et la section transversale de granulats comme pour l'interface PRFC/béton (paragraphe 4.2.1.1.2) tandis que la résistance à l'arrachement du béton seul est augmentée par l'hydratation du ciment (Figure 188b).

Une augmentation significative de la résistance à l'arrachement a été obtenue pour l'état SB de T0 à T4 mois pour le vieillissement V4. La plus grande rugosité de cet état contribue à une amélioration de l'adhésion mécanique. Avec l'état NA, cette résistance augmente légèrement en raison de l'hydratation du ciment.

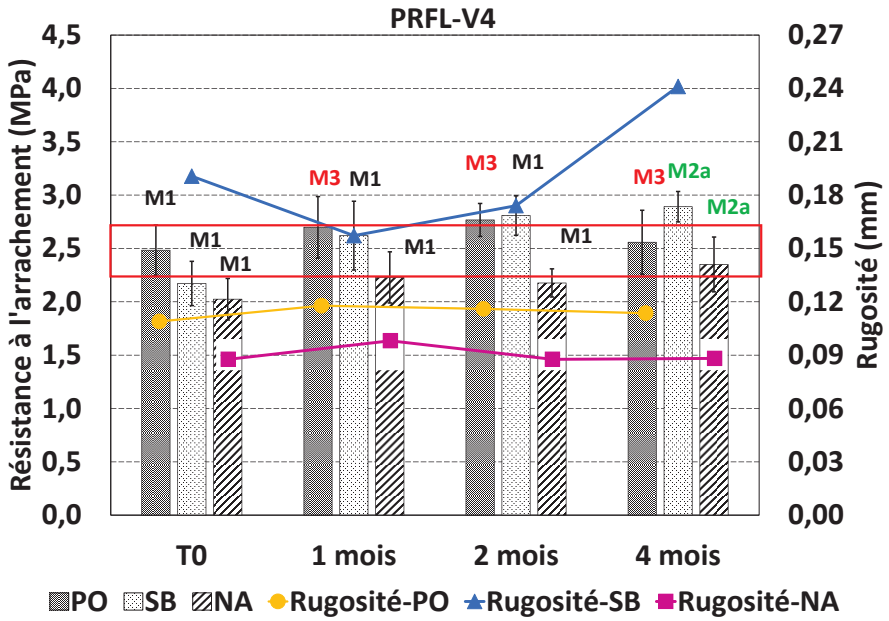


Figure 204 : Résistance à l'arrachement et rugosités des dallettes exposées au vieillissement V4

La Figure 205 montre les évolutions de la résistance à l'arrachement de l'interface PRFL/béton sous la condition VL. Il semble que la rugosité d'une surface de béton a une faible influence sur le vieillissement de l'interface PRFL/béton. A l'état NA, la résistance à l'arrachement varie peu. Par ailleurs, une légère augmentation de cette résistance a été observée pour les états PO et SB et la résistance à l'arrachement de l'état PO est plus élevée que celle de l'état SB. Pour la condition ambiante, la polymérisation lente de la résine bio-sourcée améliore l'adhésion chimique entre le PRFL et les surfaces de béton des états PO et SB (Marouani et al, 2011).

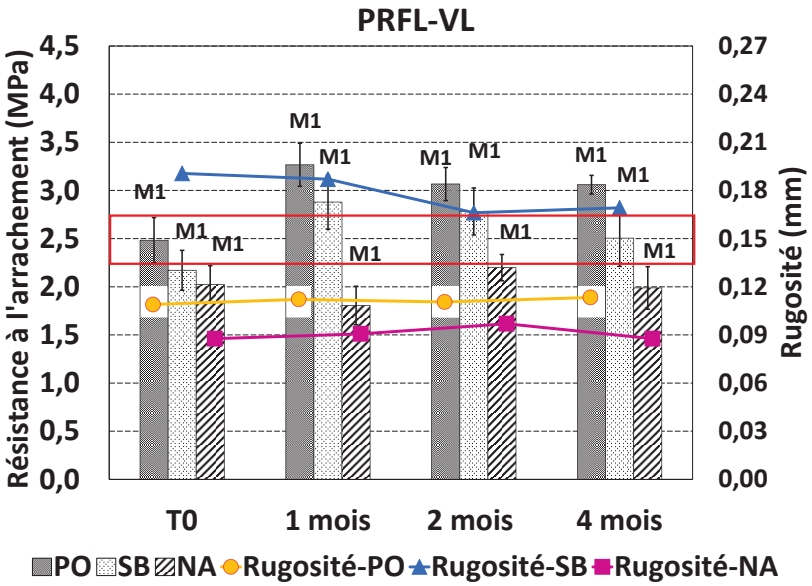


Figure 205 : Résistances à l'arrachement et rugosités des dallettes exposées au vieillissement VL

4.3.1.1. Conclusion de l'influence de la rugosité sur l'interface PRFL/béton

En définitive, la rugosité de la surface de béton a une moindre influence sur les propriétés de l'interface PRFL/béton après les vieillissements V4 et VL. L'amélioration de l'adhésion mécanique entre le PRFL et la surface de l'état SB conduit à un changement lent des modes de rupture et à une augmentation légère de la résistance à l'arrachement pour le vieillissement V4. Pour la condition ambiante (VL), la polymérisation lente de la résine bio-sourcée tend à l'augmentation de la résistance à l'arrachement et l'amélioration de l'adhésion mécanique PRFL/béton. Pour les deux conditions V4 et VL, aucun changement significatif de la résistance à l'arrachement pour l'état NA n'a été obtenu.

Ce paragraphe a montré les analyses et les explications des résultats obtenus pour l'essai d'arrachement sur les interfaces PRFL/béton vieillies sous différentes conditions. Le paragraphe suivant est consacré aux performances mécaniques des joints résine bio sourcée /béton vieillis sous la condition V6 lors des essais de double cisaillement.

4.3.2. Résultats d'essais de double cisaillement de l'interface PRFL/béton

L'essai de double cisaillement de l'interface PRFL/béton a été seulement réalisé sur les éprouvettes de béton poncées. Dans cette étude, les résultats de T0 (aucun vieillissement) à T24 mois du vieillissement V6 (60°C, 100% HR) sont analysés.

4.3.2.1. Observation des modes de rupture

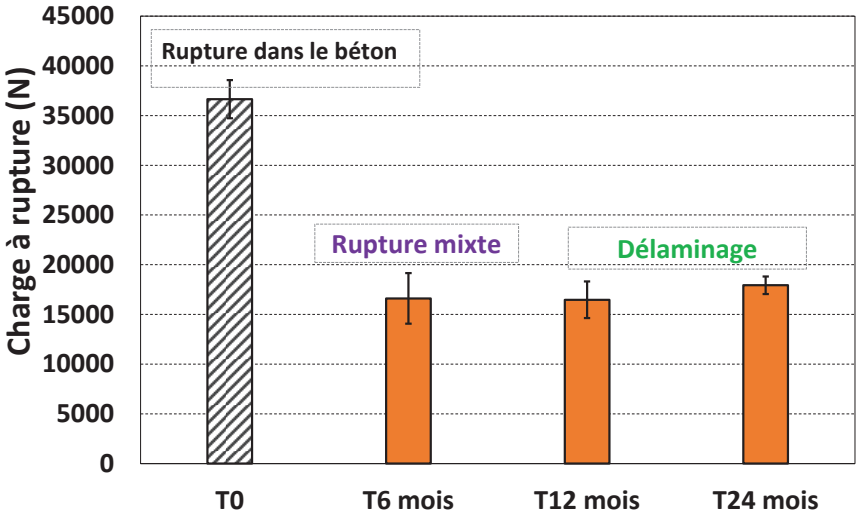
La Figure 206 illustre l'évolution des modes de rupture. A T0 (Figure 206a), un cône de béton reste attaché au composite et témoigne d'une rupture partiellement cohésive (Figure 206b). De T12 mois à T24 mois, on a un délaminage complet du PRFL(Figure 206c,d). Cette modification des modes de rupture confirme que la diffusion de l'eau à 60°C dégrade progressivement l'interface PRFL/béton (paragraphe 4.2.2.1). Le PRFL jaunit (T6 mois-T12 mois-T24 mois) en raison de l'oxydation de la résine bio sourcée dans l'eau à 60°C (Ernault, 2016) (Lobanov et Zubova, 2019).

Figure 206 : Différents modes de rupture des échantillons de double cisaillement exposés au vieillissement V6 : (a) T0 (b)T 6 mois (c) T12 mois (d) T24 mois

4.3.2.2. Comportement global

Les charges à la rupture diminuent fortement: environ 55% après 6 mois ou 24 mois du vieillissement V6 (Figure 207a). La Figure 207b montre également une modification du comportement du cisaillement PRFL/béton et la rigidité du joint de colle devient plus faible que T0 dès 6 mois de vieillissement. Cette réduction est liée à la forte diffusion de l'eau (paragraphe 4.2.2.1).

(a)



(b)

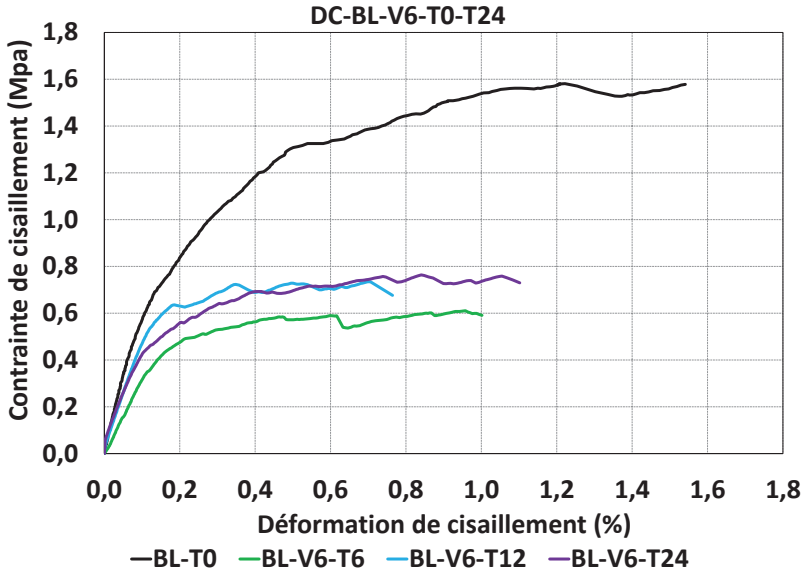
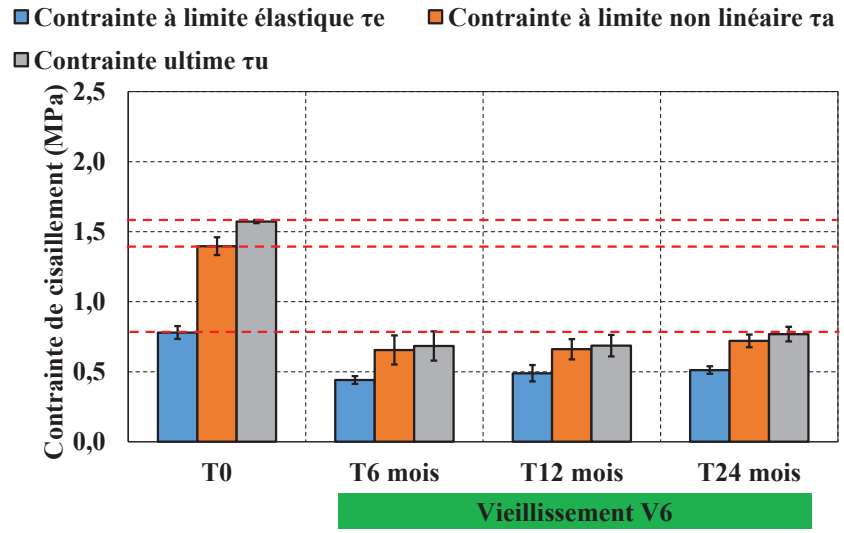


Figure 207 : (a) évolution des charges à rupture, (b) lois de comportement en cisaillement

On détermine les trois points (γ_e, τ_e), (γ_a, τ_a) et (γ_u, τ_u) des courbes de comportement selon la Figure 197c. La Figure 208a montre une forte réduction (environ 50%) de ces contraintes et déformations de cisaillement en raison de la dégradation de l'interface PRFL/béton par la diffusion d'eau à 60ºC (paragraphe 4.3.2.1).

(a)



(b)

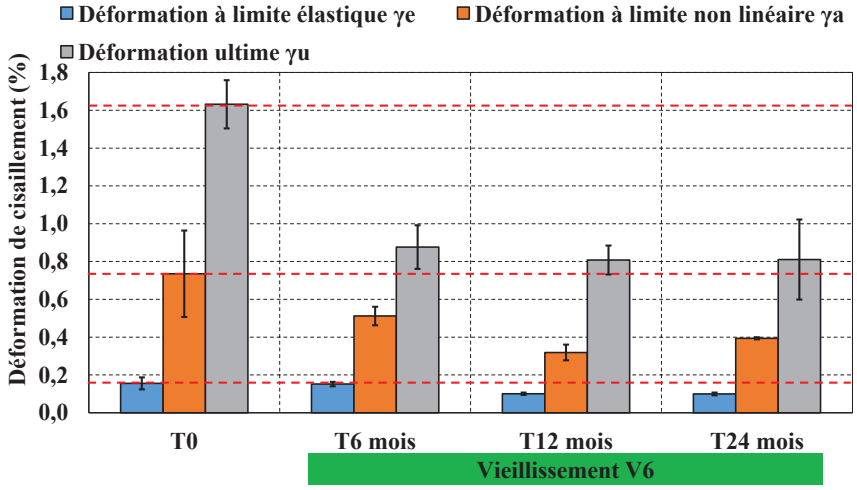


Figure 208 : (a) évolution des contraintes de cisaillement, (b) évolution des déformations de cisaillement

Comme pour le PRFC, on utilise la symétrie des courbes contraintes/déformations uniaxiales pour évaluer : l'hétérogénéité du vieillissement entre les deux interfaces opposées, la répartition des charges et le transfert des charges du béton au composite par le joint de colle. Sur la Figure 209, les courbes contrainte/déformation sont symétriques pour toutes les échéances. Cela confirme une bonne répartition et un bon transfert des charges du béton au PRFL en comparaison avec l'interface PRFC/béton. La pente des courbes décroît de T0 à T24 mois de vieillissement. Cette tendance peut être expliquée par la dégradation identique du joint de la résine bio-sourcée sur les deux interfaces et la plastification identique des deux PRFLs sous la condition V6 (Hallonet, 2016).

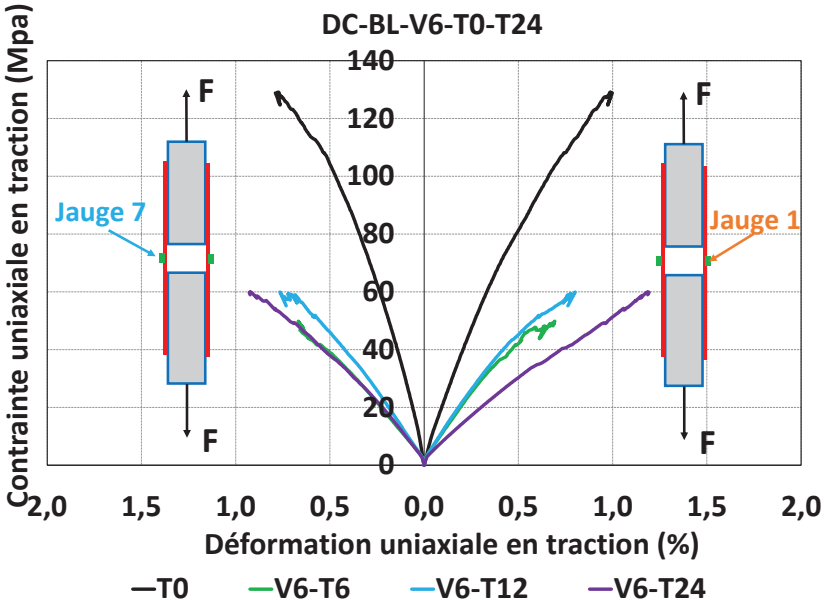


Figure 209 : Lois de comportement des deux PRFLs collés sur les échantillons de double cisaillement

4.3.2.3. Comportement local

La Figure 210 présente les évolutions de la déformation et de la contrainte de cisaillement locale pour l'échantillon de référence T0 (aucun vieillissement) et les éprouvettes soumises au vieillissement V6 de 6 mois à 24 mois. Les profils de la déformation de cisaillement locale sur la Figure 210a-d montrent que le processus du cisaillement d'un joint de colle à T0 est développé rapidement en fonction du niveau de charge. Au contraire, le vieillissement V6 entraîne une évolution lente de la rupture des joints de colle.

En référence du paragraphe 2.3.3.6.2, la longueur d'ancrage efficace (L_{eff}) de 75 mm de l'éprouvette T0 est mesurée sur la courbe de la contrainte de cisaillement locale correspondant à 40% Fmax (Figure 210e) . En cas du vieillissement V6, cette longueur a augmenté à 87,5 mm correspondant à 90% Fmax pour trois échéances T6 mois, T12 mois et T24 mois (Figure 210f-h) même si les charges à rupture diminuent fortement. La Figure 161c montre que la déformation ultime du composite PRFL de 3 mois à 24 mois a été augmentée grâce à la plastification de la résine bio sourcée sous la condition V6. Cette plastification du joint de colle sous la même condition V6 entraine l'augmentation de la L_{eff} pour les éprouvettes vieillies (Houhou, 2012) (Hallonet, 2016).

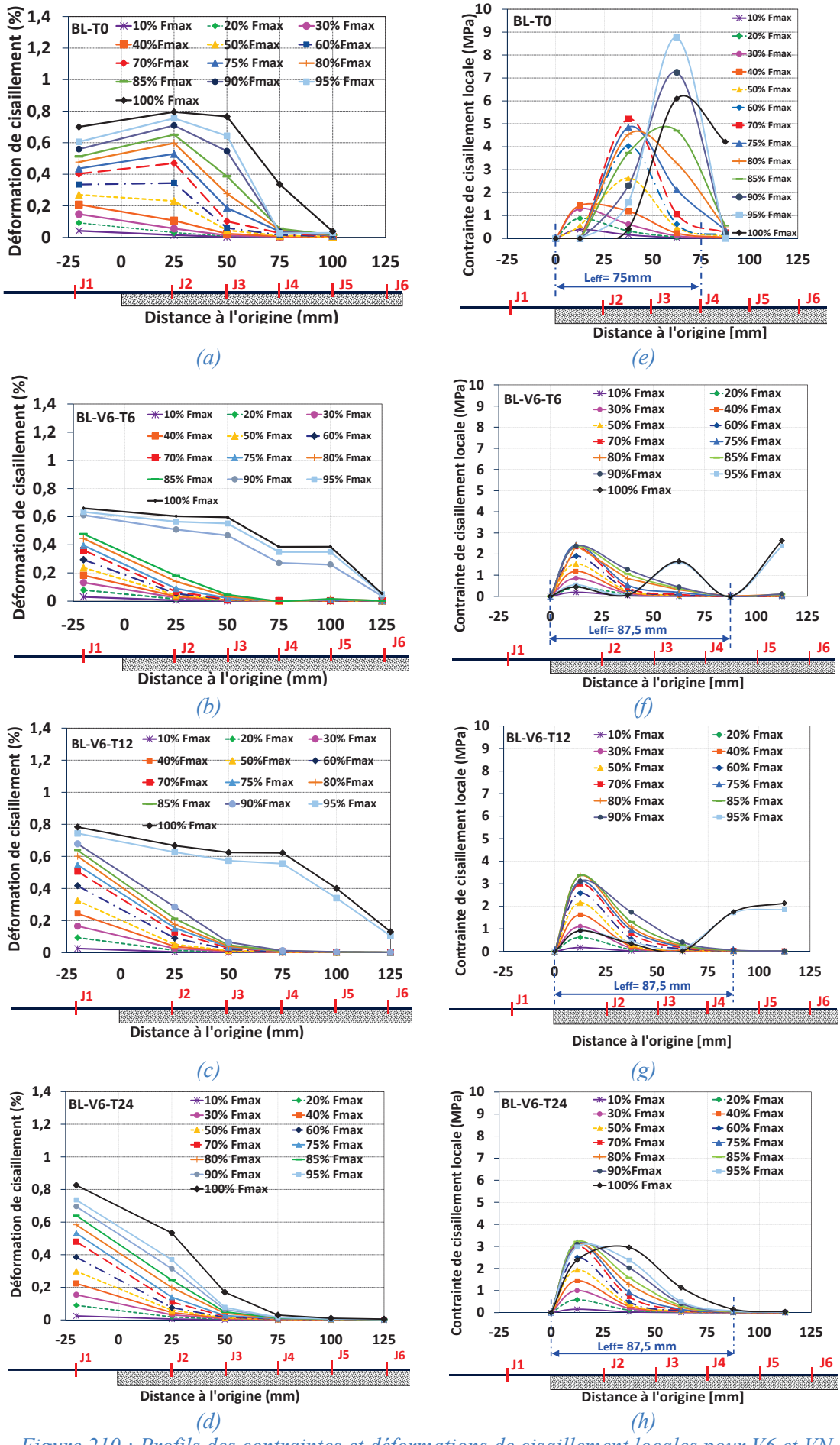


Figure 210 : Profils des contraintes et déformations de cisaillement locales pour V6 et VN

4.3.2.4. Résumé des essais de double cisaillement de l'interface PRFL/ béton

Sous la condition V6 (60ºC, 100% HR), l'interface PRFL/béton se dégrade progressivement par la diffusion d'eau à 60ºC avec délaminage PRFL/béton et aussi la diminution des charges à rupture et des contraintes et déformations de cisaillement ultimes. Les charges à rupture de T6 mois à T24 mois sont assez similaires et la longueur d'ancrage efficace au cours du vieillissement V6 est conservée et plus élevée que celle de T0.

4.3.3. Conclusion des résultats d'essai de l'interface PRFL/ béton

Le Tableau 48 synthétise les principaux résultats des essais de l'interface PRFL/béton pour toutes les conditions de vieillissement. Pour l'échéance T24 mois, une condition à température élevée (60ºC) ou une condition à humidité modérée provoque un vieillissement significatif de l'interface PRFL/béton par la détérioration de la liaison chimique entre la résine bio sourcée et le béton poncé. En cas d'immersion des éprouvettes dans l'eau, une forte diminution des performances mécaniques à l'arrachement et au cisaillement de l'interface PRFL/béton est obtenue. Plus la température de l'eau est élevée, plus on observe une diminution de ces performances. Pour un collage de PRFL sur une surface de béton, la condition V6 (60ºC, 100% HR) est une condition plus sévérisée.

La rugosité de la surface de béton a peu d'influence lors des vieillissements V4 et VL. Pour l'interface PRFL/béton sablé, la modification du mode de rupture se fait plus tardivement, après 4 mois du vieillissement V4, comme pour le PRFC. Toutefois, l'interface PRFL/béton sablé a une résistance légèrement meilleure que l'interface PRFL/béton poncé. Sous la condition ambiante (VL), la plus grande résistance à l'arrachement de l'état PO par rapport à celle de l'état SB confirme la plus grande influence de la polymérisation lente de la résine bio sourcée sur l'adhésion chimique PRFL/béton.

Tableau 48 – Synthèse des résultats principaux des essais de l'interface PRFL/béton

Condition	Traitement de surface du béton	Essai	Evolution principale
V1 (20ºC, 50% HR)	Ponçage	Essai d'arrachement	- Rupture cohésive dans le béton (M1) - Pas d'évolution de la résistance à l'arrachement
V3 (60ºC, 50% HR)	Ponçage	Essai d'arrachement	- Rupture cohésive dans le béton (M1) - Réduction de 30 % de la résistance à l'arrachement ***- Variation de la qualité du béton pour les dallettes renforcées par PRFL***
V5 (60ºC, 75% HR)	Ponçage	Essai d'arrachement	- Rupture mixte (M2a) - Réduction de 22 % de la résistance à l'arrachement ***- Dégradation de la zone du mélange ciment/résine et de l'interface PRFL/béton par l'humidité modérée***

Condition	**Traitement de surface du béton**	**Essai**	**Evolution principale**
V2 (20°C, 100% HR)	Ponçage	Essai d'arrachement	- Décollement PRFL/béton (M3) - Réduction de 35 % de la résistance à l'arrachement ***- Dégradation de l'interface PRFL/béton par sorption d'eau***
V4 (40°C, 100% HR)	Aucun traitement Ponçage Sablage	Essai d'arrachement	✓ *Vieillissement de 24 mois* - Décollement PRFL/béton (M3) - Réduction de 50 % de la résistance à l'arrachement ***- Dégradation de l'interface PRFL/béton par sorption d'eau*** ***- Réticulation lente des joints époxydes à 40°C*** ✓ *Vieillissement de 1 mois, 2 mois, 4 mois* ***Surface de béton poncée*** - Changement rapide de la rupture cohésive M1 au décollement PRFL/béton (M3) - pas de réduction significative de la résistance à l'arrachement ***- Dégradation de l'interface PRFL/béton par sorption d'eau*** ***Surface de béton sablée*** - Changement lent de la rupture cohésive M1 à la rupture mixte (M2a) - Augmentation de 20% de la résistance à l'arrachement ***- Amélioration de l'adhésion mécanique par une plus grande rugosité du béton sablé*** ***Surface de béton naturelle*** - Changement lent de la rupture cohésive M1 à la rupture mixte (M2a) - Pas de changement de la résistance à l'arrachement ***- Combinaison de l'hydratation du ciment et de la dégradation de l'interface PRFL/béton***
V6 (60°C, 100% HR)	Ponçage	Essai d'arrachement	✓ *Essai d'arrachement* - Décollement PRFL/béton (M3) - Réduction de 65 % de la résistance à l'arrachement

Condition	**Traitement de surface du béton**	**Essai**	**Evolution principale**
		Essai de double cisaillement	***- Forte dégradation de l'interface PRFL/béton par sorption d'eau à 60°C*** ✓ *Essai de double cisaillement* - Décollement PRFL/béton (M3) - Réduction de 55% des contraintes et des déformations de cisaillement dès 6 mois - Augmentation de la longueur d'ancrage efficace par rapport à T0 par la plastification de la résine bio sourcée. ***- Dégradation progressive de l'interface PRFL/béton par sorption d'eau à*** 60°C
VL (condition ambiante	Aucun traitement Ponçage Sablage	Essai d'arrachement	***Surface de béton poncée*** - Rupture cohésive dans le béton (M1) - Amélioration légère de la résistance à l'arrachement par ***la polymérisation lente de la résine bio sourcée*** ***Surface de béton sablée*** - Rupture cohésive dans le béton (M1) - Augmentation légère de la résistance à l'arrachement par ***l'amélioration de l'adhésion mécanique*** ***Surface de béton naturelle*** - Rupture cohésive dans le béton (M1) - Pas de changement de la résistance à l'arrachement qui peut être expliqué par ***la liaison chimique au mélange ciment/résine pour la condition VL***
VN	Ponçage	Essai d'arrachement Essai de double cisaillement	✓ *Essai d'arrachement* - Rupture globale cohésive dans le béton (M1), Modification lente du mode de rupture M1 vers une rupture mixte (M2a) - Réduction de 23% de la résistance à l'arrachement ***- Faible diminution des propriétés mécaniques du béton et dégradation significative de l'interface PRFL/béton***

4.4. COMPARAISON DES RESULTATS ANALYSES DE L'INTERFACE COMPOSITES/BETON

La comparaison des résultats du vieillissement des deux interfaces PRFL ou PRFC/béton porte sur deux aspects. Dans un premier temps, nous étudierons l'influence de l'état de surface du béton sur l'interface sous 2 conditions de vieillissement V4 et VL pour l'essai d'arrachement. Dans un second temps, nous analyserons l'interface béton/composite en fonction des différents vieillissements du projet ANR MICRO avec 2 essais : l'essai d'arrachement et l'essai de double cisaillement.

4.4.1. Comparaison des influences de la rugosité du béton sur le vieillissement de l'interface composite/béton

Avec une préparation de surface PO, le mode de rupture d'abord cohésif dans le béton (M1) devient adhésif (M3) pour les deux composites après un mois du vieillissement V4 (Figure 211). Cependant, cette condition ne provoque pas une évolution significative de la résistance à l'arrachement. Le vieillissement VL induit une augmentation significative de cette résistance pour l'interface PRFL/béton par rapport à l'interface PRFC/béton. Les meilleures performances mécaniques et la polymérisation de la résine bio-sourcée en comparaison de la résine TFC contribuent à l'écart de la résistance à l'arrachement entre les deux interfaces (état PO-Tableau 46, Tableau 48).

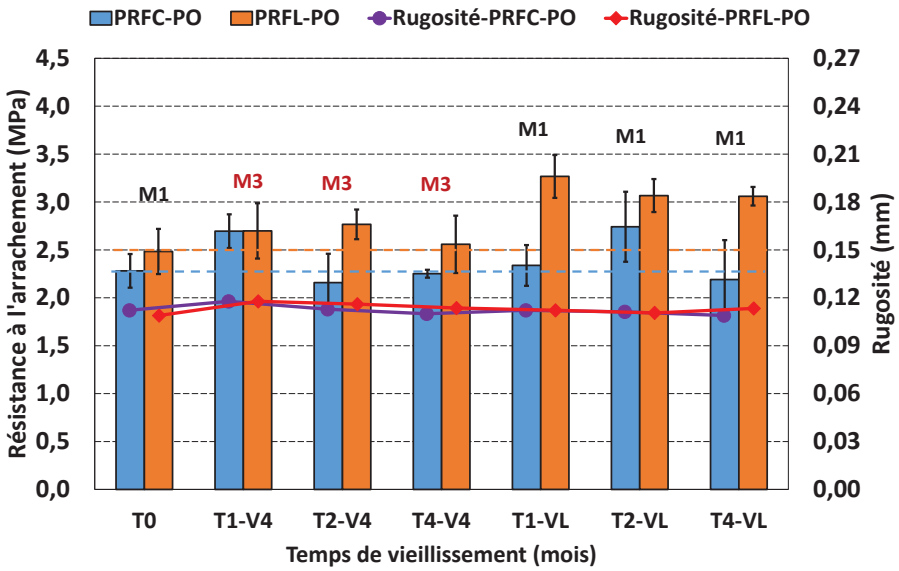


Figure 211-Comparaison de la résistance à l'arracchement PRFC ou PRFL/béton de l'état PO pour deux vieillissements VL et V4

La Figure 212 permet la comparaison de la résistance à l'arrachement des deux composites sous les vieillissements V4 et VL pour l'état SB de la surface de béton. Contrairement à l'état PO, une augmentation significative de la résistance à l'arrachement est observée et le changement du mode de rupture M1 au mode de rupture mixte M2a est retardé et se produit après 4 mois du vieillissement V4. L'augmentation de la résistance à l'arrachement est plus grande pour le PRFC/béton que pour le PRFL/béton. La viscosité de la résine époxyde TFC permet un meilleur mouillage de la surface de béton et l'adhésion PRFC/béton est alors améliorée (Paragraphes 1.1.3.1).

Pour la condition VL, les résistances à l'arrachement des deux interfaces sont similaires et légèrement supérieures pour PRFL/béton en raison d'une légère polymérisation de la résine

bio-sourcée sous cette condition(Figure 155). La variation de la qualité de béton peut expliquer cette tendance.

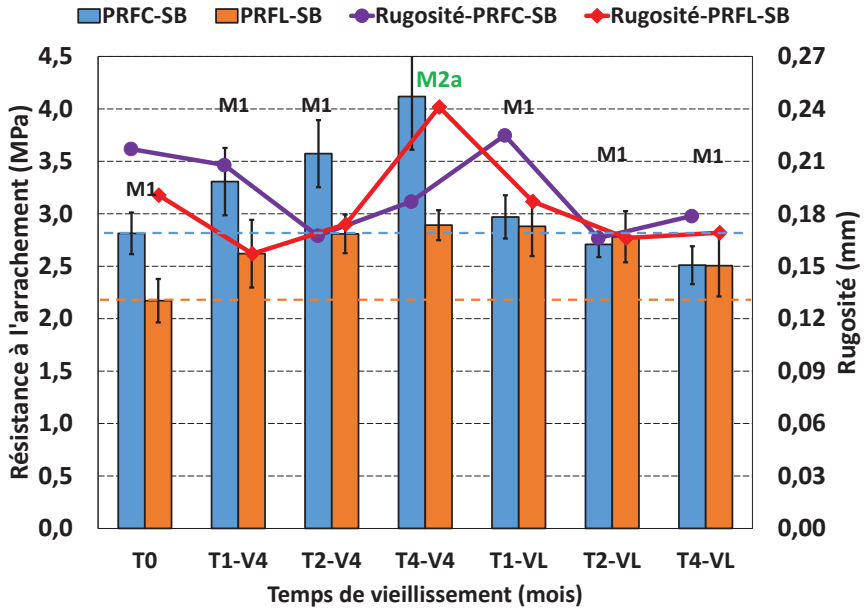


Figure 212- Comparaison de la résistance à l'arracchement PRFC ou PRFL/béton de l'état SB pour deux vieillissements VL et V4

Un retard de changement de mode de ruine a été aussi obtenu, comme pour SB, pour le vieillissement V4 (Figure 213). Malgré une augmentation légère de la résistance à l'arrachement de T0 à 4 mois du vieillissement V4, l'écart de cette résistance entre les deux composites est faible. L'hydratation du ciment est privilégiée pour le vieillissement hygrothermique de l'interface de l'état NA (état NA-Tableau 46,Tableau 48) et elle contribue à augmenter la résistance à l'arrachement.

Dans le cas du vieillissement VL, les valeurs de cette résistance sont similaires et une amélioration légère par rapport à T0 est obtenue pour l'interface PRFC/béton. Une bonne liaison chimique entre la résine époxyde TFC et la surface de l'état NA de béton (paragraphe 4.2.1.1.2) peut expliquer l'augmentation légère de la résistance à l'arrachement pour la condition VL.

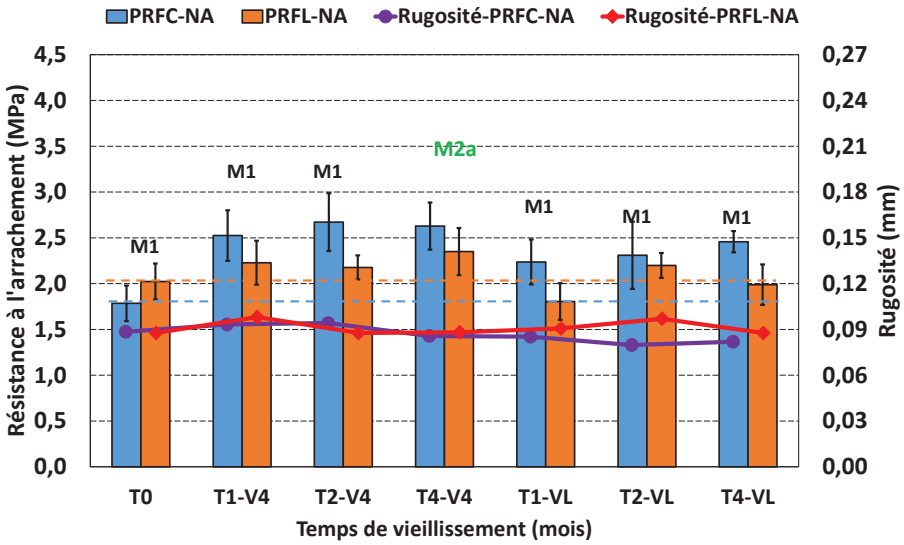


Figure 213- Comparaison de la résistance à l'arracchement PRFC ou PRFL/béton de l'état SB pour deux vieillissements VL et V4

En résumé de l'influence de l'état d'une surface de béton sur les deux vieillissements V4 et VL, la plus grande rugosité de l'état SB contribue à retarder le vieillissement des deux interfaces lors de l'immersion des dallettes dans l'eau à 40°C et à augmenter leur résistance à l'arrachement.

4.4.2. Comparaison des résultats après vieillissement pour les composites collés sur surfaces de béton poncées (ANR)

4.4.2.1. Essai d'arrachement

Dans le cadre de l'ANR, le seul traitement de surface des dallettes de béton a été le ponçage. Les dallettes renforcées ont été ensuite vieillies dans les 6 conditions de vieillissement accéléré définies dans le projet de V1 à V6 et en vieillissement naturel VN et ce pendant 24 mois. Les mesures pour les VA ont été faites à 4 échéances : 3, 6, 12 et 24 mois. Les mesures pour le VN ont été réalisées à 3 échéances 12, 24 et 36 mois.

La Figure 214a présente les résistances à l'arrachement de l'interface des 2 composites pour l'éprouvette non vieillie T0 et les échantillons exposés aux vieillissements V1, V3 et V5. Le mode de rupture est similaire pour les 2 interfaces : rupture cohésive M1 à toutes les échéances et pour trois vieillissements. Sauf après 24 mois de vieillissement V5, on observe un mode de rupture mixte de l'interface PRFL/béton. Les 4 barres de chaque couleur correspondent aux 4 échéances 3, 6, 12 et 24 mois :

- Pour les échantillons de référence (aucun vieillissement-T0), la résistance à l'arrachement est égale à 4,04± 0,42 MPa pour l'interface PRFC/béton et 3,91 ± 0,36 MPa pour l'interface PRFL/béton. Un même mode de rupture cohésive dans le béton et une résistance à l'arrachement comparable confirment une très bonne adhérence composite/béton à court terme du système innovant de fibres de lin et de la résine bio sourcée comme avec le système traditionnel de fibres de carbone et de résine époxyde TFC.

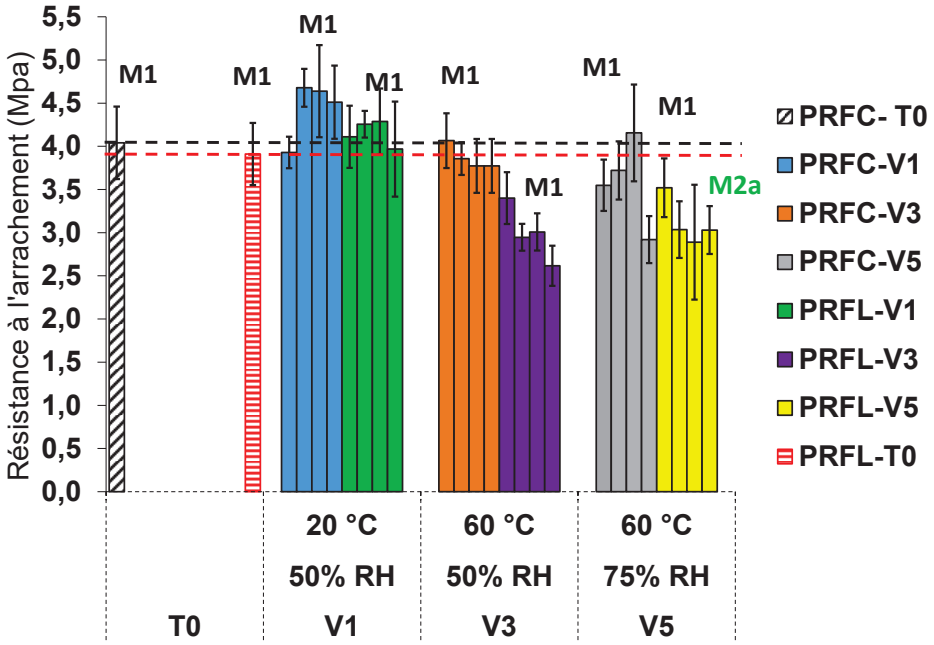
- Dans le cas du vieillissement V1 (20°C, 50%HR), les résistances à l'arrachement sont similaires et proches de celles obtenues à T0 pour les deux composites (Figure 214a). La température et l'humidité de cette condition ne provoquent pas une dégradation significative de l'interface PRFL ou PRFC/béton (V1-Tableau 46, Tableau 48). En conséquence, la durabilité de l'interface PRFL ou PRFC/béton est conservée à cette condition, donc le système innovant peut remplacer le système traditionnel sous une condition équivalente à V1, par exemple, la condition ambiante dans des bâtiments.

- Concernant les dallettes soumises au vieillissement V3 (60°C, 50%HR), cette condition provoque deux évolutions différentes de la résistance à l'arrachement : une stabilisation de cette résistance pour l'interface PRFC/béton, une diminution significative de 30% pour l'interface PRFL/béton à l'échéance de 24 mois (Figure 214a). Premièrement, la variation de la qualité de chaque dallette renforcée (paragraphe 4.1.3) peut impacter les résultats. Deuxièmement, Chlela (2019) a confirmé une post –réticulation (une augmentation de 45% de la T_g), une diminution de la résistance de traction et de la déformation à rupture du composite PRFL. D'autre part, une diminution de 30% de la T_g et une stabilisation des propriétés mécaniques en traction du PRFC ont été obtenues dans la recherche de Zombré (2019). En conséquence, la faible qualité de la liaison chimique entre la résine bio-sourcée de PRFL avec les molécules minérales du ciment et des granulats de béton sous la condition V3 peut conduire à une diminution significative de la résistance à l'arrachement (Benzarti et Chehimi, 2006) (Djouani et al, 2011).

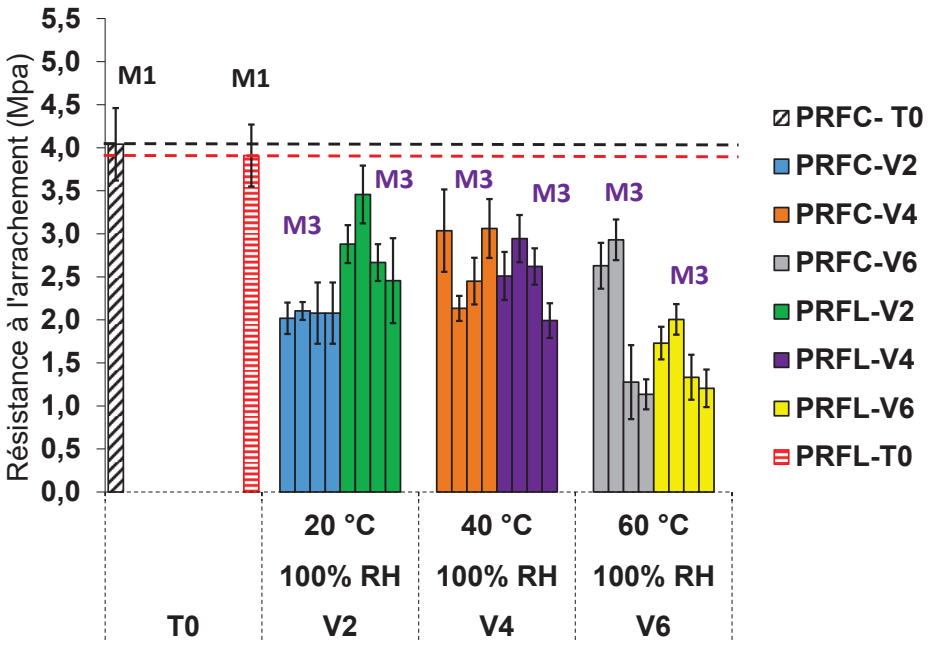
- Sous le vieillissement V5 (60ºC, 75%HR), une réduction de 25% de la résistance à l'arrachement est estimée pour les deux interfaces. L'humidité de 75%HR dégrade l'interface PRFL/béton (mode de rupture mixte-M2a) (V5- Tableau 48) et la liaison chimique résine TFC/ molécules minérales (mode de rupture cohésive-M1) à long terme (V5-Tableau 46).

En résumé du vieillissement des deux interfaces sous les milieux non immergés, la durabilité de l'interface PRFL/béton est assez similaire à l'interface PRFC/béton sauf pour le vieillissement V3. Les résultats du composite PRFL sous la condition V3 peuvent être influencés par la variation de la qualité de béton.

(a)



(b)



(c)

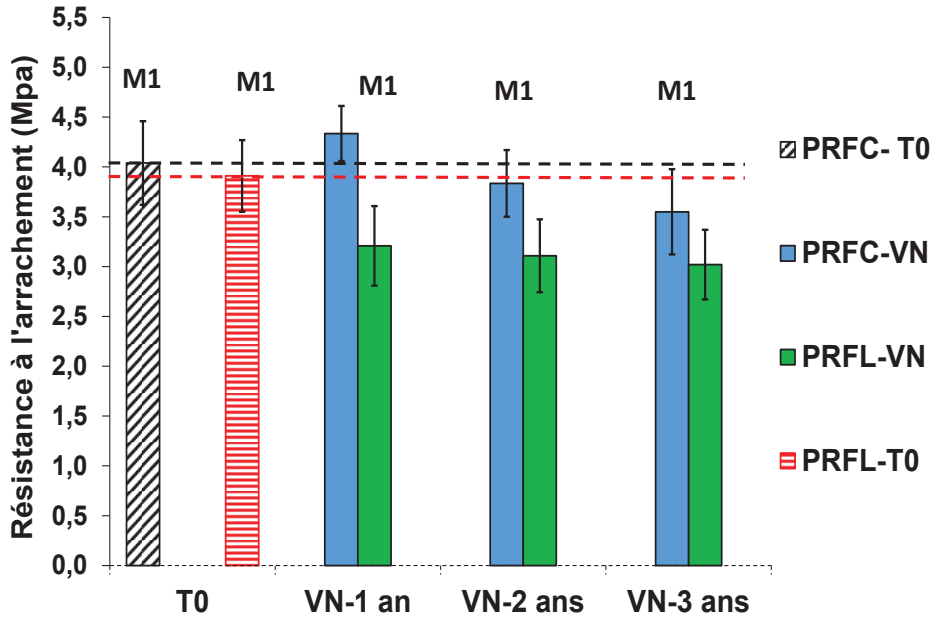


Figure 214-Comparaison de la résistance à l'arrachement entre deux composites : (a) Vieillisseents V1 V3 V5, (b) Vieillissement V2 V4 V6, (c) Vieillissement naturel

En cas d'immersion des dallettes sous diverses températures, la Figure 214b présente les évolutions de la résistance à l'arrachement des deux composites. Une modification du mode de rupture cohésive dans béton (M1) de l'éprouvette de référence T0 à une rupture adhésive (M3) des échantillons vieillis est observée après 3 mois de vieillissement.

- La condition V2 (20°C, 100%HR) produit une réduction de 50% de la résistance à l'arrachement de l'interface PRFC/béton et une diminution progressive d'environ 35% pour l'interface PRFL/béton à cause de la dégradation de l'interface composite/béton. L'écart de résistance entre les deux composites devient faible à l'échéance 24 mois. La température de 20°C n'accélère pas la cinétique de la diffusion d'eau et provoque une polymérisation lente de la matrice des deux composites. Les meilleures performances mécaniques de la résine bio sourcée (Figure 158) en comparaison avec celles de la résine TFC (Figure 133) entrainent une plus grande résistance retenue du PRFL que celle du PRFC après 24 mois de vieillissement.

- En cas du vieillissement V4 (40°C, 100%HR), la résistance à l'arrachement de l'interface PRFC/béton augmente de 6 mois à 24 mois tandis que l'interface PRFL/béton se dégrade progressivement pendant ces périodes. Après 24 mois de vieillissement, le collage PRFC/béton a perdu 25% de sa résistance à l'arrachement et celle de l'interface PRFL/béton a diminué de 50%. Il existe deux phénomènes simultanés au cours du vieillissement V4 (polymérisation et plastification des deux résines) mais le vieillissement des fibres de lin provoque plus de dégradation de l'interface PRFL/béton. En effet, le gonflement des fibres de lin crée des fissurations de la résine bio-sourcée. La dissolution de certaines structures biologiques de la fibre de lin à long terme laisse des vides dans ces fibres ou dans l'interface fibre/matrice. Ces vides et ces fissurations facilitent un transport des molécules d'eau à l'interface PRFL/béton (paragraphe 1.2.3). C'est pourquoi, la dégradation de l'interface PRFL/béton est accélérée au cours du vieillissement même si la résine bio sourcée est hydrophobe. En revanche, ces phénomènes ne se produisent pas sur l'interface PRFC/béton. Une plus faible réduction de la résistance de l'interface PRFC/béton est alors obtenue après 24 mois de vieillissement.

- Pour V6 (60ºC, 100%HR), une réduction d'environ 65% de la résistance à l'arrachement des deux interfaces est notée. La plus grande cinétique de la diffusion d'eau à la température de 60ºC (Tableau 31, Tableau 38) conduit à une forte dégradation de l'interface composite/béton à long terme, donc, une forte diminution de la résistance pour deux interfaces est obtenue après 24 mois de vieillissement.

Pour les conditions immergées, plus la température de l'eau est élevée, plus la dégradation de l'interface est marquée et la condition V6 est une condition sévérisée. L'interface PRFC/béton montre aussi une dégradation importante sous la condition de V6 mais la condition V2 est aussi une condition sévérisée.

La Figure 214c illustre que l'interface PRFL/béton est plus dégradable que l'interface PRFC/béton en exposition au vieillissement naturel (VN). Trois échéances de VN introduisent un même mode de rupture cohésive dans le béton comme celui de l'échantillon de référence T0. La résistance à l'arrachement de l'interface PRFL/béton a diminué de 15% après un an de VN mais les valeurs retenues sont ensuite stables jusqu'à trois ans de VN. En revanche, la résistance à l'arrachement de l'interface PRFC/béton diminue progressivement environ de 10% après trois ans du VN. Par ailleurs, un faible écart de 0,5 MPa (12%) entre les résistances moyennes à l'arrachement des deux interfaces est observé pour l'échéance de trois ans du VN. Cet écart ne semble pas trop grand pour un dimensionnement PRFC/béton ou PRFL/béton. La dégradation du béton en exposition à l'extérieur (paragraphe 4.1.3) est la cause principale de la dégradation des deux interfaces du vieillissement VN. La qualité différente de la liaison chimique entre la résine bio-sourcée/surface de béton et la résine époxyde TFC/surface de béton peut expliquer les écarts de résistance à l'arrachement. Par ailleurs, l'absorption d'eau des fibres de lin contribue aussi à la dégradation de l'interface PRFL/béton. La proportion des ruptures mixtes (M2a) est environ de 20% du nombre total des pastilles testées (Figure 201e-g).

4.4.2.2. Cisaillement de l'interface composite/béton (condition V6(60ºC, 100% HR)

La Figure 215 montre les évolutions au cours du temps des trois contraintes et trois déformations de cisaillement aux limites élastique, non linéaire et ultime pour le vieillissement V6 aux 4 échéances : T0 (aucun vieillissement), T6 mois, T12 mois, T24 mois. Chaque couleur correspond aux résultats d'une interface composite/béton : le bleu pour le PRFC et l'orange pour le PRFL.

Le passage d'une rupture cohésive dans le béton à une rupture par délaminage composite/béton dès la deuxième échéance (6 mois) est observé pour les deux types de collage. La contrainte à la limite élastique de l'interface PRFL/béton est plus élevée que celle de l'interface PRFC/béton (Figure 215a) tandis que les contraintes à la limite non linéaire et ultime sont similaires (Figure 215b,c).

Les déformations de cisaillement aux limites non linéaire et ultime de deux interfaces sont similaires (Figure 215e,f) tandis qu'une plus grande déformation à la limite élastique de l'interface PRFL/béton est observée par rapport à l'interface PRFC/béton (Figure 215d). La plastification différente entre deux composites sous cette condition (Figure 184f-paragraphe 3.3.2.2) permet d'interpréter cette différence.

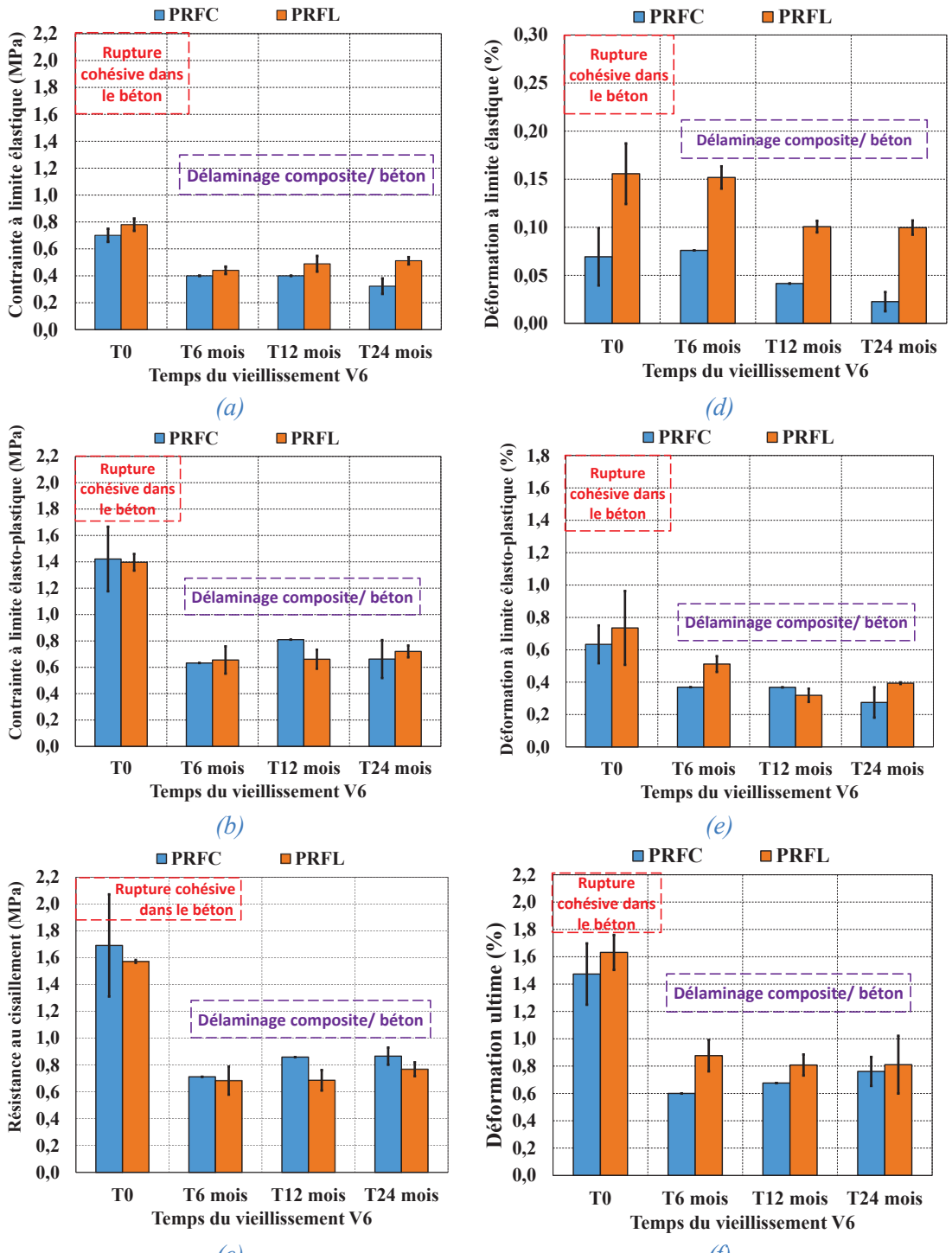


Figure 215-Comparaison de la contrainte et de la déformation de cissaillement entre deux composites pour le vieillissement V6

Les évolutions des longueurs d'ancrage efficace (L_{eff}) des deux interfaces sont comparées sur la Figure 216 pour le vieillissement V6. Ces longueurs sont similaires à T0 mais elles présentent deux évolutions contraires en fonction du temps de vieillissement pour les deux composites. Le durcissement du composite PRFC entraîne une diminution de la L_{eff} (Tableau 46) tandis que la plastification du composite PRFL explique l'augmentation de cette longueur (Tableau 48).

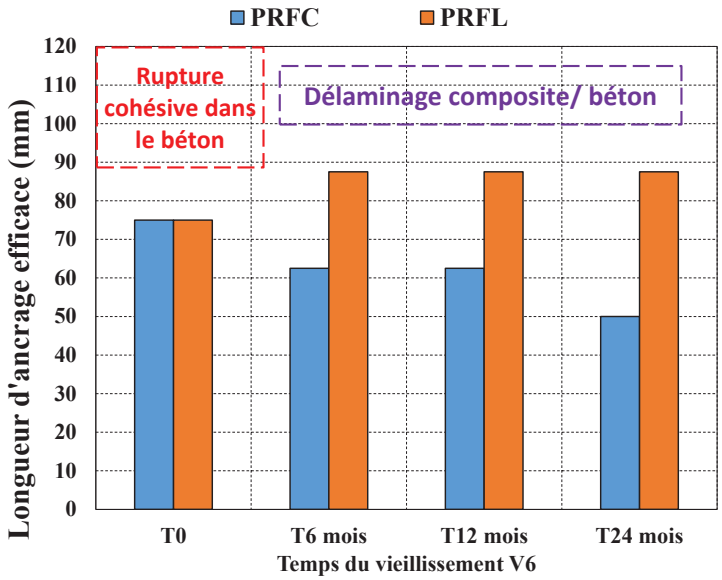


Figure 216-Comparaison des longueurs d'ancrage efficace des deux composites

En résumé, la durabilité de l'interface PRFL/béton est globalement comparable à celle de l'interface PRFC/béton sous les sollicitations d'arrachement et de double cisaillement. Un désavantage du collage PRFL/béton est son mauvais comportement à température élevée 60°C. Les comportements de l'interface PRFC/béton et de l'interface PRFL/béton sont similaires après 3 ans d'exposition à l'extérieur, donc le système innovant à base de fibres de lin et de la résine bio-sourcée peut globalement remplacer le système traditionnel à base de fibres de carbone et de la résine époxyde TFC pour le renforcement extérieur des structures de béton.

4.5. CONCLUSION DU CHAPITRE 4

En conclusion, ce chapitre est consacré à la durabilité de l'interface composite/béton sous diverses conditions de vieillissement. Les performances mécaniques de l'interface composite/béton sont mesurées par l'essai d'arrachement et l'essai de double cisaillement. L'influence de l'état de surface du béton sur le vieillissement hygrothermique et le vieillissement sous condition ambiante est aussi étudiée.

Globalement, la durabilité de l'interface PRFL est comparable à celle de l'interface PRFC. Un désavantage de l'interface PRFL/béton est son vieillissement sous une condition de température élevée (60ºC). Plus la température de l'eau est élevée, plus la dégradation de l'interface composite/béton est importante. L'immersion des dallettes renforcées dans l'eau à 60ºC est une condition sévérisée pour les deux types de collage. La condition V2 (20ºC, 100%HR) peut être considérée comme une condition sévérisée pour l'interface PRFC/béton. L'essai de double cisaillement a montré des évolutions similaires des performances mécaniques pour les deux composites collés sur des surfaces de béton poncées sous la condition V6 (60ºC, 100%HR) à long terme. La longueur d'ancrage efficace des deux interfaces a deux évolutions contraires en fonction du temps de vieillissement: une augmentation pour l'interface PRFL/béton et une réduction pour l'interface PRFC/béton.

L'état de surface du béton a une influence sur la durabilité de l'interface composite/béton sous le vieillissement hygrothermique V4. Plus la rugosité est grande, plus les ruptures adhésives sont retardées et plus la résistance à l'arrachement est grande. Avec l'état PO, la rupture adhésive arrive à faible échéance et la résistance à l'arrachement tend à diminuer. Une augmentation légère de cette résistance est observée pour l'état NA. L'état de surface du béton sous la condition de VL ne semble pas influencer les résultats.

Une durabilité assez similaire des deux interfaces PRFL/béton et PRFC/béton en exposition au vieillissement naturel est enregistrée à long terme. La chute de la résistance à l'arrachement est plus rapide avec le PRFL qu'avec le PRFC mais après 3 ans de vieillissement, l'écart de résistance n'est plus que de 12%.

Pour les vieillissements accélérés et naturel, l'interface PRFL/béton a des inconvénients par rapport à l'interface PRFC/béton : les dégradations additionnelles en raison du vieillissement des fibres de lin par l'absorption d'eau (gonflement de fibres, dissolution de leurres composantes biologiques...), un vieillissement thermique sous une température élevée, une inefficacité à améliorer l'adhésion mécanique résine bio-sourcée/ béton pour les techniques de traitement mécanique d'une surface de béton. En conséquence, le système innovant du collage PRFL/béton peut raisonnablement remplacer le système traditionnel du collage PRFC/béton pour le renforcement extérieur d'une structure de béton.

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

L'objectif de cette recherche était d'étudier la durabilité des structures renforcées par les matériaux composites dans le génie civil. Plusieurs études récentes ont porté sur la durabilité des composites purs et de l'interface composite/béton en utilisant les composites traditionnels à base de fibres de carbone et les matrices époxydes présentes sur le marché. Ces dernières années, les composites biologiques moins nocifs pour l'environnement et la santé humaine sont de plus en plus développés et appliqués pour le renforcement extérieur des structures en béton. Les recherches sur la durabilité des composites biologiques sont assez limitées et ne mettent pas en évidence les avantages et les inconvénients en comparaison avec des composites traditionnels. De plus, les évolutions différentes des caractéristiques mécaniques ou des temps relativement courts de vieillissements n'ont pas permis d'extrapoler les résultats entre essais accélérés en laboratoire et expositions à l'environnement avec une précision suffisante à long terme.

Cette étude au sein du projet ANR MICRO a synthétisé non seulement les informations importantes de durabilité à long terme mais aussi les principales différences entre les durabilités d'un composite traditionnel et d'un composite partiellement biosourcé. Le composite traditionnel est un composite commercial à base de fibres de carbone et de la résine époxyde TFC (PRFC). Le composite innovant est de nature biologique à base de fibres de lin et d'une résine époxyde bio-sourcée (PRFL). Ils sont mis en œuvre par moulage au contact, technique largement éprouvée pour le renforcement des structures. La littérature a clairement mis en évidence que l'humidité et la température sont des facteurs importants de dégradation des matériaux composites. Ainsi, six protocoles de vieillissement accéléré avec une augmentation de la température et/ou de l'humidité relative ont été définis pour vieillir les composites du projet. De plus, ces composites ont été soumis à un vieillissement naturel en environnement extérieur, sous le climat tempéré de la région lyonnaise.

Nous avons effectué pour les 2 matériaux composites des essais après vieillissement à différents temps sur les résines et composites seuls. Les principales conclusions sont :

L'étude de la température de transition vitreuse a relevé une augmentation rapide de la T_g du PRFL, résultat de la polymérisation rapide de la résine bio sourcée et une forte diminution de la T_g du PRFC au cours des essais, résultat de la dégradation thermique sous une température élevée, de la plastification par absorption d'eau, de l'oxydation et de l'érosion par rayonnement UV.

L'analyse des clichés tomographiques a révélé une moindre microfissuration du PRFL que du PRFC.

Pour le composite PRFL, contrairement au PRFC, ce sont les fibres qui contribuent fortement à la prise en eau et qui se révèlent particulièrement sensibles à l'humidité. En revanche, la résine bio sourcée est plus hydrophobe que la résine TFC. Ces 2 phénomènes sont antagonistes et expliquent les variations de la prise de masse des 2 composites en immersion en fonction des températures et des temps d'essai. Quoiqu'il en soit, plus la température d'eau est élevée, plus la prise de masse est importante.

Les comportements mécaniques (mode de rupture, type de comportement…) des 2 composites sont différents en fonction des temps et des modes de vieillissement.

- On a noté, par exemple, que le vieillissement par immersion à 40°C provoque une dégradation des propriétés mécaniques des 2 composites et notamment une diminution de la rigidité pouvant être associée à la plastification de la résine. Les PRFL immergés dans l'eau à une température élevée se dégradent plus rapidement que les PRFC et les PRFL présentent un changement de comportement non linéaire à un comportement quasi bilinéaire. Ceci est expliqué pour les PRFL par la dégradation des fibres de lin, une réorientation des microfibrilles des fibres de lin et une plastification de la résine bio sourcée. La dégradation des performances du PRFC provient de la dégradation de l'interface fibre/matrice et de la résine TFC. L'immersion dans l'eau à une température élevée est une condition sévérisée pour les deux composites.
- Pour les vieillissements sans immersion, le PRFL est également moins durable que le PRFC.
- Par contre en vieillissement naturel, le PRFL montre une durabilité plus importante que le PRFC.

Nous avons comparé les résultats des différents types de vieillissement accéléré avec le vieillissement naturel afin de déterminer quel type de vieillissement accéléré peut remplacer le VN. Les propriétés mécaniques en traction retenues pour deux composites sont cohérentes avec celles des vieillissements à 20ºC (de 3 à 12 mois) et à 60ºC (de 3 à 6 mois) tandis que les performances en cisaillement fibre/matrice retenues sont conformes à celles après de 3 à 12 mois d'immersion dans l'eau à 20ºC et 40ºC.

Par ailleurs, l'analyse de l'émission acoustique lors des essais de traction révèle que l'activité acoustique des composites non vieillis se concentre à proximité de la ruine des éprouvettes tandis qu'elle est plus progressive pour les composites vieillis.

Nous avons effectué pour les 2 matériaux composites des essais après vieillissement à différents temps afin de déterminer l'évolution des propriétés de l'interface composite/béton. Les principales conclusions sont :

Une étude de l'influence de l'état de surface du béton (poncé, sablé ou « naturel ») a été menée pour l'essai d'arrachement sur 4 mois afin de déterminer l'influence de la rugosité sur le comportement. Le béton sablé a montré un meilleur comportement.

L'étude des vieillissements à long terme sur le comportement de l'interface de béton poncée a également été menée :

- Le comportement est meilleur dans les conditions non immergées pour les 2 composites. On a observé sous température élevée une moindre adhérence de l'interface PRFL/béton par rapport à l'interface PRFC/béton. Cette moindre adhérence a été attribuée à une plus faible qualité de la liaison chimique résine bio sourcée/béton.

- Les immersions dans l'eau ont donné les mêmes résultats pour les 2 composites avec une rupture 100% adhésive matrice/béton. Plus la température d'eau est élevée, plus la réduction de la résistance à l'arrachement composite/béton est marquée. L'immersion dans l'eau à 60ºC induit une même forte dégradation des performances mécaniques en cisaillement des deux interfaces.

- Lors du vieillissement naturel, les deux interfaces se dégradent progressivement. Après 3 ans, la résistance à l'arrachement du PRFL est seulement inférieure de 12% à celle du PRFC, donc elles sont assez proches. Les dégradations des deux interfaces du VN sont comparables

avec celles après 6 mois d'exposition à 60ºC ou après 3 à 6 mois d'un vieillissement hygrothermique de 60ºC et 75% humidité relative.

En conclusion générale, les propriétés mécaniques du composite PRFL et de son interface avec le support béton sont très prometteuses. Les durabilités du composite PRFL et de l'interface PRFL/béton sont globalement comparables à celles du composite PRFC sous les vieillissements accélérés et sous vieillissement naturel malgré quelques restrictions du système innovant du PRFL : vieillissement de la fibre de lin (gonflement, dissolution des composants biologiques, réorientation des micro-fibrilles en traction), microfissures additionnelles à la surface fibre/matrice en raison du gonflement de fibres, dégradation thermique du PRFL sous une température élevée, faible efficacité à améliorer l'adhésion résine bio sourcée/surface du béton pour les bétons à forte rugosité. Le composite innovant PRFL peut toutefois raisonnablement remplacer le système commercial du PRFC pour le renforcement extérieur de structures en béton dans certaines conditions.

En perspective de ce travail, nous avons plusieurs pistes de travail.

Des échantillons ont été fabriqués et continuent à vieillir naturellement. Ils seront exploités dans 10 et 20 ans.

Nos vieillissements accélérés sont à température et humidité constantes. Ces vieillissements sont trop peu impactants sous un vieillissement sans immersion mais trop impactants pour une immersion prolongée dans l'eau. Il faudrait réaliser des cycles afin de générer des dégradations plus similaires à celles consécutives à une exposition aux conditions naturelles.

Le problème des dégradations est complexe et plusieurs phénomènes antagonistes s'additionnent d'où la difficulté d'interprétation. Une meilleure caractérisation physico-chimique (absorption d'eau, valeur de Tg, porosité et microfissuration par tomographie) est nécessaire à chaque étape.

L'émission acoustique et de manière plus générale les méthodes d'analyse non destructives doivent être développées.

BIBLIOGRAPHIE

ACI-440.2R-08, 2008. Guide for the Design and Construction of Externally Bonded FRP Systems for Strengthening Concrete Structures. www.concrete.org

AFGC, 2011. Réparation et renforcement des structures en béton au moyen des matériaux composites - Association Francaise de Genie Civil | AFGC | Paris. Recommandations-AFGC-2011

Aiello, M.A., Leone, M., 2008. Interface analysis between FRP EBR system and concrete. Composites Part B: Engineering 39, 618–626. Doi :10.1016/j.compositesb.2007.07.002

Alessi, S., Pitarresi, G., Spadaro, G., 2014. Effect of hydrothermal ageing on the thermal and delamination fracture behaviour of CFRP composites. Composites Part B: Engineering 67, 145–153. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2014.06.006

Ali, H.Q., Emami Tabrizi, I., Khan, R.M.A., Tufani, A., Yildiz, M., 2019. Microscopic analysis of failure in woven carbon fabric laminates coupled with digital image correlation and acoustic emission. Composite Structures. Volume 230. Page 111515. https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2019.111515

Alix, S., Philippe, E., Bessadok, A., Lebrun, L., Morvan, C., Marais, S., 2009. Effect of chemical treatments on water sorption and mechanical properties of flax fibres. Bioresource Technology 100, 4742–4749. Doi :10.1016/j.biortech.2009.04.067

Al-Rousan, R.Z., AL-Tahat, M.F., 2019. Consequence of surface preparation techniques on the bond behavior between concrete and CFRP composites. Construction and Building Materials 212, 362–374. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.03.299

Apicella, A., Nicolais, L., 1985. Effect of water on the properties of epoxy matrix and composite, in: Epoxy Resins and Composites I, Advances in Polymer Science. Springer, Berlin, Heidelberg, pp. 69–77. https://doi.org/10.1007/3-540-15546-5_3

Ariyachandra, M.R.E.F., Gamage, J.C.P.H., Al-Mahaidi, R., Kalfat, R., 2017. Effects of surface roughness and bond enhancing techniques on flexural performance of CFRP/concrete composites. Composite Structures 178, 476–482. https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2017.07.028

Asamene, K., Hudson, L., Sundaresan, M., 2015. Influence of attenuation on acoustic emission signals in carbon fiber reinforced polymer panels. Ultrasonics 59, 86–93. https://doi.org/10.1016/j.ultras.2015.01.016

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

ASTM D7522 / D7522M - 15, 2015. Test Method for Pull-Off Strength for FRP Laminate Systems Bonded to Concrete Substrate. ASTM International. https://doi.org/10.1520/D7522_D7522M-15

ASTM E1356, 2014. Test Method for Assignment of the Glass Transition Temperatures by Differential Scanning Calorimetry.ASTM International. https://doi.org/10.1520/E1356-08R14

Ativitavas N.,Fowler T. ,Pothisiri T., 2004. Acoustic Emission Characteristics of Pultruded Fiber Reinforced Plastics under Uniaxial Tensile Stress. 26th; European conference, Acoustic emission testing; Berlin , 447-454 ; https://www.ndt.net

Awaja F., Gilbert M., Kelly G., Fox B., Pigram P.J., 2009. Adhesion of polymers. Progress in Polymer Science 34, 948–968. https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2009.04.007

Azadi, M., Sayar, H., Ghasemi-Ghalebahman, A., Jafari, S.M., 2018. Tensile loading rate effect on mechanical properties and failure mechanisms in open-hole carbon fiber reinforced polymer composites by acoustic emission approach. Composites Part B: Engineering. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.09.103

Azwa, Z.N., Yousif, B.F., Manalo, A.C., Karunasena, W., 2013. A review on the degradability of polymeric composites based on natural fibres. Materials & Design 47, 424–442. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.11.025

Backelandt, A., 2005. Etude des mécanismes d'adhésion à l'interface résine / ciment en vue de la réparation des ouvrages de génie civil (thèse). Lyon, INSA. ⟨NNT : 2005ISAL0031⟩

Baensch, F., 2015. Damage evolution in wood and layered wood composites monitored in situ by acoustic emission, digital image correlation and synchrotron based tomographic microscopy (PhD Thesis). ETH Zurich. https://doi.org/10.3929/ethz-a-010411928

Bakhtiary Davijani, A.A., Hajikhani, M., Ahmadi, M., 2011. Acoustic Emission based on sentry function to monitor the initiation of delamination in composite materials. Materials & Design 32, 3059–3065. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.01.010

Baley, C., 2013. Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. Ref : AM5130 v3. https://www.techniques-ingenieur.fr

Baley, C., 2004. Influence of kink bands on the tensile strength of flax fibers. Journal of Materials Science 39, 331–334. https://doi.org/10.1023/B:JMSC.0000007768.63055.ae

Baley, C., 2002. Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 33, 939–948. https://doi.org/10.1016/S1359-835X(02)00040-4

Baley, C., Le Duigou, A., Bourmaud, A., Davies, P., 2012. Influence of drying on the mechanical behaviour of flax fibres and their unidirectional composites. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 43, 1226–1233. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2012.03.005

Baley, C., Morvan, C., Grohens, Y., 2005. Influence of the Absorbed Water on the Tensile Strength of Flax Fibers. Macromolecular Symposia 222, 195–202. https://doi.org/10.1002/masy.200550425

Balla, V.K., Kate, K.H., Satyavolu, J., Singh, P., Tadimeti, J.G.D., 2019. Additive manufacturing of natural fiber reinforced polymer composites: Processing and prospects. Composites Part B: Engineering 174, 106956. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.106956

Bao, L.-R., Yee, A.F., 2002. Moisture diffusion and hygrothermal aging in bismaleimide matrix carbon fiber composites: part II—woven and hybrid composites. Composites Science and Technology 62,2111–2119.https://doi.org/10.1016/S0266-3538(02)00162-8

Bardonnet, 1992. Résines époxydes (EP)- Composants et propriétés : Dossier complet | Techniques de l'Ingénieur. https://www.techniques-ingenieur.fr

Barile, C., Casavola, C., Pappalettera, G., Kannan, V.P., 2020. Application of different acoustic emission descriptors in damage assessment of fiber reinforced plastics: A comprehensive review. Engineering Fracture Mechanics 235, 107083 https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2020.107083

Barrere, C., Maso, F.D., 1997. Résines époxy réticulées par des polyamines : structure et propriétés. Rev. Inst. Fr. Pét. 52, 317–335. https://doi.org/10.2516/ogst:1997043

Batra, S.K., 1998. Other long vegetable fibres: abaca, banana, sisal, henequen, flax, ramie, hemp, sunn, and coir. Handbook of fiber science and technology 4, 727–807.

Ben Ameur, 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 106511. https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2019.106511

Bendjoudi, H., Hubert, P., 2002. Le coefficient de compacité de Gravelius: analyse critique d'un indice de forme des bassins versants. Hydrological Sciences Journal 47, 921–930. https://doi.org/10.1080/02626660209493000

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.Doi : <10.1016/j.compositesa.2015.11.003>

Benzarti, K., Chataigner, S., Quiertant, M., Marty, C., Aubagnac, C., 2011. Accelerated ageing behaviour of the adhesive bond between concrete specimens and CFRP overlays. Construction and Building Materials, Composite Materials and Adhesive Bonding Technology 25, 523–538. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2010.08.003

Benzarti, K., Chehimi, M., 2006. Approche physico-chimique des interactions adhésif/substrats cimentaires. Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées (BLPC) n°261-262, pp. 81-89, 2006.

Berthelot, JM, 2012. Matériaux composites. Comportement mécanique et analyse des structures, eds Lavoisier, 2012. ISBN 9782743064501

Bessadok, A., Marais, S., Gouanvé, F., Colasse, L., Zimmerlin, I., Roudesli, S., Métayer, M., 2007. Effect of chemical treatments of Alfa (Stipa tenacissima) fibres on water-sorption properties. Composites Science and Technology 67, 685–697 https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2006.04.013

Bikerman, J.J., 1967. Causes of poor adhesion : Weak boundary layers. Ind. Eng. Chem. 59, 40–44. https://doi.org/10.1021/ie51403a010

Biron, M., 2014. Propriétés des thermoplastiques - Tableaux comparatifs. Ref : TIP100WEB - "Plastiques et composites." https://www.techniques-ingenieur.fr

Bistac, S., Vallat, M.F., Schultz, J., 1998. Durability of steel/polymer adhesion in an aqueous environment. International Journal of Adhesion and Adhesives 18, 365–369. https://doi.org/10.1016/S0143-7496(98)00020-7

Brouwer, 2011. Natural Fibre Composites in Structural Components: Alternative Applications for Sisal. http://www.fao.org/3/y1873e/y1873e0a.htm.

Bruneaux, M.-A., 2004. Durabilité des assemblages collés : Développement d'un modèle mécanique prédictif avec prise en compte des caractéristiques physico-chimiques de l'adhésif (Thèse). École nationale des ponts et chaussées (France). ⟨NNT : 2004ENPC0009⟩

Burget, I., 2006. Exploring the micromechanical design of plant cell walls - Burgert - 2006 - American Journal of Botany - Wiley Online Library. Doi : 10.3732/ajb.93.10.1391

Cabral-Fonseca, S., Correia, J.R., Custódio, J., Silva, H.M., Machado, A.M., Sousa, J., 2018. Durability of FRP - concrete bonded joints in structural rehabilitation: A review. International Journal of Adhesion and Adhesives, Special issue on joint design 83, 153–167. https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2018.02.014

Caillol, S., 2011. Les résines époxy biosourcées. Ref : TIP142WEB - "Chimie verte." https://www.techniques-ingenieur.fr

Calomfirescu, M., Herrmann, A., 2007. On the propagation of Lamb Waves in Viscoelastic Composites for SHM Applications. Key Engineering Materials. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.347.543

Campana, C., 2018. Durabilité de composites à fibres naturelles: effet du vieillissement couplé sur les performances mécaniques et la réaction au feu (thèse). Matériaux. Université Montpellier, 2018. Français. ⟨2018MONTS008⟩ ⟨tel-01844480⟩

Caramaro, L., 2006. Textiles à usage technique. Ref : TIP588WEB - "Textiles industriels." https://www.techniques-ingenieur.fr

Carfagna,C., Apicella,A., 1983. Physical degradation by water clustering in epoxy resins. Journal of Applied Polymer Science 28, 2881–2885. Doi:10.1002/app.1983.070280917

CARMA, 2006. Glossaire des matériaux composites renforcés de fibres d'origine renouvelable.

Carvelli, V., D'Ettorre, A., Lomov, S.V., 2017. Acoustic emission and damage mode correlation in textile reinforced PPS composites. Composite Structures 163, 399–409. https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2016.12.012

Chaabani, C., 2018. Composites à fibres de carbone: récupération des fibres par solvolyse hydrothermale. Impact sur la qualité des fibres et valorisation de la phase liquide. Génie des procédés (Thèse). Ecole des Mines d'Albi-Carmaux, 2017. Français. ⟨NNT : 2017EMAC0011⟩. ⟨tel-01863987⟩

Chadfeau, C., 2020. Caractérisations multiéchelles de surfaces cimentaires de parement en fonction de différentes surfaces coffrantes (Thèse). Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université de Strasbourg, 2020. Français.⟨NNT : 2020STRAD005⟩. ⟨tel-02953447⟩

Chadfeau, C., OMARY, S., Belhaj-trabelsi, E., Feugeas, F., Fond, C., 2018. Caractérisation multiéchelle morphologique et chimique des surfaces cimentaires hydratées à 24 heures, in: Matériaux 2018. Fédération française des matériaux, Strasbourg, France. https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-02379932

Charlet, K., Eve, S., Jernot, J.P., Gomina, M., Breard, J., 2009. Tensile deformation of a flax fiber. Procedia Engineering, Mesomechanics 2009 1, 233–236. https://doi.org/10.1016/j.proeng.2009.06.055

Chataigner, S., Aubagnac, C., Quiertant, M., Benzarti, K., 2010. Essai de cisaillement à simple recouvrement pour caractériser l'adhérence de renforts composites collés sur substrat béton : Méthode d'essai N°72. LABORATOIRE CENTRAL DES PONTS ET CHAUSSEES (LCPC). https://www.ifsttar.fr

Chaussadent, T., Clement, J., 2006. Renforcement des ouvrages en beton par collage de composites : Bilan de deux operations de recherche du LCPC | Semantic Scholar. https://www.semanticscholar.org

Chlela, R., 2019. Durabilité d'un système composite biosourcé (matrice époxy-fibres de lin) pour applications de renforcement structural - Approches expérimentale et fiabiliste (Thèse). Matériaux et structures en mécanique [physics.class-ph]. Université Paris-Est, 2019. Français. ⟨NNT : 2019PESC2076⟩. ⟨tel-02894653⟩

Collins, D.J, 2010. "Damage detection in composite materials using acoustic emission and self-sensing fibres." (PhD thesis), Department of Metallurgy and Materials, School of Engineering, University of Birmingham.

Coroller, G., Lefeuvre, A., Le Duigou, A., Bourmaud, A., Ausias, G., Gaudry, T., Baley, C., 2013. Effect of flax fibres individualisation on tensile failure of flax/epoxy unidirectional composite. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 51, 62–70. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2013.03.018

Crank, J., 1975. The Mathematics of Diffusion. Clarendon Press. ISBN : 978-0-19-853411-2

Cromwell, J.R., Harries, K.A., Shahrooz, B.M., 2011. Environmental durability of externally bonded FRP materials intended for repair of concrete structures. Construction and Building Materials 25, 2528–2539. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2010.11.096

Czigány, T., 2006. Special manufacturing and characteristics of basalt fiber reinforced hybrid polypropylene composites: Mechanical properties and acoustic emission study. Composites Science and Technology, Manufacturing, Processing and Characterisations of Polymer Composites 66, 3210–3220. Doi : 10.1016/j.compscitech.2005.07.007

Davies, D.L., Bouldin, D.W., 1979. A Cluster Separation Measure. IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence PAMI-1, 224–227.

de Groot, P.J., Wijnen, P.A.M., Janssen, R.B.F., 1995. Real-time frequency determination of acoustic emission for different fracture mechanisms in carbon/epoxy composites. Composites Science and Technology 55, 405–412. https://doi.org/10.1016/0266-3538(95)00121-2

De Hans, 2001. Matériaux polymères: propriétés mécaniques et physiques (TM volume 14) - Principes de mise en œuvre - Hans-Henning Kausch, Nicole Heymans, Christopher J.G. Plummer, Pierre Decroly (EAN13 : 9782880744151), The EPFL Press, the English-

language imprint of the Foundation of the Presses polytechniques et universitaires romandes (PPUR). https://www.epflpress.org

de Pedro, R.M., 2010. Etude de préformes en fibre de lin. Master, École Polytechnique de l'Université d'Orléans et Universitad Carlos III de Madrid, 2010

Derjaguin, B.V., Krotova, N.A., 1948. Electronic Theory of Adhesion. Journal of Applied Physics 38, 4609–4616. https://doi.org/10.1063/1.1709192

Divet, L., 2001. Les réactions sulfatiques internes au béton : contribution à l'étude des mécanismes de la formation différée de l'ettringite (Thèse). Paris, CNAM. ⟨NNT: 2001CNAM0375⟩

Djouani, F., Connan, C., Delamar, M., Chehimi, M.M., Benzarti, K., 2011. Cement paste–epoxy adhesive interactions. Construction and Building Materials,411–423. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2010.02.035

Dogossy, G., Czigány, T., 2006. Failure mode characterization in maize hull filled polyethylene composites by acoustic emission. Polymer Testing - POLYM TEST 25. https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2005.12.004

Dokun, O.D., Jacobs, L.J., Haj-Ali, R.M., 1999. Ultrasonic Techniques to Quantify Material Degradation in FRP Composites, in: Thompson, D.O., Chimenti, D.E. (Eds.), Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation: Volume 18A–18B. Springer US, Boston, MA, pp. 1365–1371. https://doi.org/10.1007/978-1-4615-4791-4_175

Dong, B., Tian, L., Pan, B., 2019. Tensile testing of carbon fiber multifilament using an advanced video extensometer assisted by dual-reflector imaging. Measurement 138, 325–331. https://doi.org/10.1016/j.measurement.2019.02.070

Drapier, S., 2019. Mécanique des Composites Hautes Performances, https://www.emse.fr

Drouet, E., 2010. Impact de la température sur la carbonatation des matériaux cimentaires : prise en compte des transferts hydriques (Thèse). École normale supérieure de Cachan - ENS Cachan, 2010. Français. ⟨NNT : 2010DENS0035⟩. ⟨tel-00618092⟩

Dupupet, G., 2008. Fibres de carbone. Techniques de l'ingénieur Les grands événements de l'année, AM5134. https://www.techniques-ingenieur.fr

Emmons P. H., Vaysburd A. M., McDonald J. E. and Sabnis G. M. , 2001 Interfacial bond and surface preparation in concrete repair, The Indian Concrete Journal (ICJ-journal), pp. 27-33. https://www.researchgate.net

Ernault, E., 2016. Thermo-oxydation de résines époxy/amine (Thèse). Mécanique des structures [physics.class-ph]. Ecole nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM. Français. ⟨NNT : 2016ENAM0060⟩. ⟨tel-01563168⟩

Espert, A., Vilaplana, F., Karlsson, S., 2004. Comparison of water absorption in natural cellulosic fibres from wood and one-year crops in polypropylene composites and its influence on their mechanical properties. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 35, 1267–1276. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2004.04.004

Fatemi, S.Z., 2012. Planification des essais accélérés : optimisation, robustesse et analyse (Thèse). Université d'Angers, 2012. Français. ⟨tel-01004379⟩

Fayolle, B., Verdu, J., 2005. Vieillissement physique des matériaux polymères. Ref : TIP570WEB - "Corrosion Vieillissement." https://www.techniques-ingenieur.fr

fib Bulletin 90, 2019. fib Bulletin 90. https://www.fib-international.org/blog/378-fib-bulletin-90.html

fib Bulletin No. 14, 2001. fib Bulletins : Externally bonded FRP reinforcement for RC structures. https://www.fib-international.org

Fiedler, B., Hojo, M., Ochiai, S., Schulte, K., Ando, M., 2001. Failure behavior of an epoxy matrix under different kinds of static loading. Composites Science and Technology 61, 1615–1624. https://doi.org/10.1016/S0266-3538(01)00057-4

Fontanille, M., Vairon, J.-P., 2009. Polymérisation. Ref : TIP100WEB - "Plastiques et composites.". https://www.techniques-ingenieur.fr

Freyssinet, 2014. Freyssinet. (2014) “Avis Technique 3/14-757.” 1–24.
Gendre, 2011. Les grandes familles de matériaux composites. https://eduscol.education.fr
Gholizadeh, S., Leman, Z., Baharudin, B.T.H.T., 2015. A review of the application of acoustic emission technique in engineering. Structural Engineering and Mechanics 54, 1075–1095. https://doi.org/10.12989/sem.2015.54.6.1075
Gillham, J.K., 1987. Cure and Properties of Thermosetting Polymers. Technical Report n°9. A175895. U.S. Army Research Office. https://apps.dtic.mil/docs/citations/ADA184669
Godin, N., Reynaud, P., Fantozzi, G., 2018. Acoustic Emission and Durability of Composite Materials, WILEY-ISTE DOI:10.1002/9781119426660
Goodman, S., Dodiuk, H., 1999. Handbook of Thermoset Plastics - 2nd Edition. https://www.elsevier.com/books/handbook-of-thermoset-plastics
Groupe Depestele, 2017. Fiche produit - Textile technique 100% LIN LINCORE ® FF.
Gudonis, E., Timinskas, E., Gribniak, V., Kaklauskas, G., Arnautov, A., Tamulėnas, V., 2013. FRP reinforcement for concrete structures: State-of-the-art review of application and design. Engineering Structures and Technologies 5. https://doi.org/10.3846/2029882X.2014.889274
Ha, S.K., Na, S., Lee, H.K., 2013. Bond characteristics of sprayed FRP composites bonded to concrete substrate considering various concrete surface conditions. Composite Structures 100, 270–279. https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2012.12.031
Haggui, M., El Mahi, A., Jendli, Z., Akrout, 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
Hallonet, A., 2016. Développement et caractérisation d'un matériau composite à base de fibres de lin : application au renforcement de structures en béton par collage externe (Thèse). Matériaux. Université de Lyon. Français. ⟨NNT : 2016LYSE1111⟩. ⟨tel-01402139⟩
Hallonet, A., Ferrier, E., Michel, L., Benmokrane, B., 2019. Durability and tensile characterization of wet lay-up flax/epoxy composites used for external strengthening of RC structures. Construction and Building Materials 205, 679–698. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.02.040
Hamelin, P., 2010. Polymères renforcés de fibres (FRP) - Identification et champs d’application. Ref : TIP253WEB - “Les superstructures du bâtiment.” https://www.techniques-ingenieur.fr
Herrera-Franco, P.J., Drzal, L.T., 1992. Comparison of methods for the measurement of fibre/matrix adhesion in composites. Composites 23, 2–27. https://doi.org/10.1016/0010-4361(92)90282-Y
Holford, K.M., Lark, R.J., 2005. Acoustic emission testing of bridges, in: Fu, G. (Ed.), Inspection and Monitoring Techniques for Bridges and Civil Structures. Woodhead Publishing, Cambridge, pp. 183–215. http://orca.cf.ac.uk/37310/
Hong, B., Xian, G., Wang, Z., 2018. Durability study of pultruded carbon fiber reinforced polymer plates subjected to water immersion. Advances in Structural Engineering 21, 571–579. https://doi.org/10.1177/1369433217732664
Houhou, N., 2012. Durabilité des interfaces collées béton/renforts composites : développement d’une méthodologie d’étude basée sur un dispositif de fluage innovant conçu pour être couplé à un vieillissement hygrothermique (Thèse). Université Paris-Est, 2012. Français. ⟨NNT : 2012PEST1138⟩. ⟨tel-00765147⟩
Hristozov, D., Wroblewski, L., Sadeghian, p., 2017. Durability of Flax FRPs Exposed to Accelerated Environmental Conditions. In: Proceedings of the Fifth International Conference on Durability of Fiber Reinforced Polymer Composites for Construction and Rehabilitation of Structures (CDCC 2017). At Sherbrooke, Quebec, Canada. https://www.researchgate.net

Hristozov, D., Wroblewski, L., Sadeghian, P., 2016. Long-term tensile properties of natural fibre-reinforced polymer composites: Comparison of flax and glass fibres. Composites Part B: Engineering 95, 82–95. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.03.079

Huo, J., Liu, J., Dai, X., Yang, J., Lu, Y., Xiao, Y., Monti, G., 2016. Experimental Study on Dynamic Behavior of CFRP-to-Concrete Interface. J. Compos. Constr. 20, 04016026. https://doi.org/10.1061/(ASCE)CC.1943-5614.0000677

IAEA, 1998. Assessment and Management of Ageing of Major Nuclear Power Plant Components Important to Safety: Concrete Containment Buildings. https://www.iaea.org

ISO 527-4, 1997. Conditions d´essai pour les composites plastiques renforcés de fibres isotropes et orthotropes. https://www.boutique.afnor.org

Jolliffe, I.T., 2002. Principal Component Analysis, 2nd ed, Springer Series in Statistics. Springer-Verlag, New York. https://doi.org/10.1007/b98835

Jumaat, M.Z., Rahman, M.M., Rahman, M.A., 2011. Review on bonding techniques of CFRP in strengthening concrete structures. International Journal of Physical Sciences 6, 3567–3575. https://academicjournals.org/journal/IJPS/article-abstract/D45598221796

Jung, D.Y., Suzuki, Y., Todoroki, A., Mizutani, Y., 2017. Frequency Dependence of the b-Value Used for Acoustic Emission Analysis of Glass Fiber Reinforced Plastics. Open Journal of Composite Materials 7, 720–726. https://doi.org/10.4236/ojcm.2017.73007

Karbhari, V.M., Abanilla, M.A., 2007. Design factors, reliability, and durability prediction of wet layup carbon/epoxy used in external strengthening. Composites Part B: Engineering 38, 10–23. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2006.06.001

Karbhari, V.M., Ghosh, K., 2009. Comparative durability evaluation of ambient temperature cured externally bonded CFRP and GFRP composite systems for repair of bridges. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 40, 1353–1363. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2009.01.011

Karmaker, A.C., 1997. Effect of water absorption on dimensional stability and impact energy of jute fibre reinforced polypropylene. Journal of Materials Science Letters 16, 462–464. https://doi.org/10.1023/A:1018508209022

Kaufman, L., Rousseeuw, P.J., 2005. Finding Groups in Data: An Introduction to Cluster Analysis. ISBN: 9780470316801. https://doi.org/10.1002/9780470316801

Khalil, H.P.S.A., ROZMAN, H.D., AHMAD, M.N., ISMAIL, H., 2000. Acetylated Plant-Fiber-Reinforced Polyester Composites: A Study of Mechanical, Hygrothermal, and Aging Characteristics. Polymer-Plastics Technology and Engineering 39, 757–781. https://doi.org/10.1081/PPT-100100057

Kueny, R., 2013. Biocomposites : composites de hautes technologies en renfort de fibres naturelles et matrice de résines naturelles (Thèse). Université de Lorraine. Français. ⟨NNT : 2013LORR0241⟩. ⟨tel-01750535⟩

Kumar, B.G., Singh, R.P., Nakamura, T., 2002. Degradation of Carbon Fiber-Reinforced Epoxy Composites by Ultraviolet Radiation and Condensation. Journal of Composite Materials 36, 2713–2733. https://doi.org/10.1177/002199802761675511

Kuznetsova, R., Ergun, H., Liaw, B., 2013. Acoustic Emission of Failure in Fiber-Metal Laminates. In: Güneş O., Akkaya Y. (eds) Nondestructive Testing of Materials and Structures. RILEM Bookseries, vol 6. Springer, Dordrecht. Doi: 10.1007/978-94-007-0723-8_88

Lacoste, C., Bergeret, A., 2018. Basalt, flax and hybrid fabrics reinforced epoxy composites to repair concrete structures., in: Proceedings of the 9th International Conference on FRP Composites in Civil Engineering. Presented at the CICE 2018, Paris-France, pp. 258–263. http://www.iifc.org

Lacoste, C., Bergeret, A., Otazaghine, B., 2017. Rapport ANR MICRO - Tâche 1: Formulation et optimisation de la mise en œuvre des matériaux composites à fibres naturelles, Rapport ANR interne d'étude de Ecole des Mines d'Alès. Ecole des Mines d'Alès.

Lacoste, J., Therias, S., 2015. Vieillissement des matériaux polymères et des composites - L'Actualité Chimique N° 395. https://www.lactualitechimique.org

Lau, K., Hung, P., Zhu, M.-H., Hui, D., 2018. Properties of natural fibre composites for structural engineering applications. Composites Part B: Engineering 136, 222–233. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.10.038

Le Duigou, A., Bourmaud, A., Baley, C., 2015. In-situ evaluation of flax fibre degradation during water ageing. Industrial Crops and Products 70, 204–210. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2015.03.049

Le Duigou A., Davies P., Baley C., 2009 Seawater ageing of flax/poly(lactic acid) biocomposites, Polymer Degradation and Stability, Volume 94 (7), 2009, pp 1151-1162, https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2009.03.025.

Lecomte-Beckers, P.J., 2009. Physique des matériaux : Partie Polymères. Notes de cours. Université de Liège, département d'aérospatiale et mécanique. 2009. http://dhaouadiramzi.e-monsite.com

Lee, A.T., Michel, M., Ferrier, E., Benmokrane, B., 2019. Influence of curing conditions on mechanical behaviour of glued joints of carbon fibre-reinforced polymer composite/concrete. Construction and Building Materials 227, 116385. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.07.111

Liegeois, M., 2016. Adhérence Présentation générale. Direction : Département Laboratoire de Lyon. https://docplayer.fr/44759147

Lilholt, H., Toftegaard, H., Thomsen, A.B., Schmidt, A.S., 1999. Natural composites based on cellulosic fibres and polypropylene matrix. their processing and characterization, In: Proceedings of ICCM, vol.12, p.9. http://www.iccm-central.org

Lobanov, D.S., Zubova, E.M., 2019. Research of temperature aging effects on mechanical behaviour and properties of composite material by tensile tests with used system of registration acoustic emission signal. Procedia Structural Integrity, 25th International Conference on Fracture and Structural Integrity 18, 347–352. https://doi.org/10.1016/j.prostr.2019.08.174

Marec A., 2008. Contrôle de santé des matériaux hétérogènes par émission acoustique et acoustique non linéaire : discrimination des mécanismes d'endommagement et estimation de la durée de vie restante (Thèse). Acoustique [physics.class-ph]. Laboratoire d'Acoustique de L'université du Mans, 2008. Français. ⟨tel-01079461⟩

Marouani, S., Curtil, L., Hamelin, P., 2012. Ageing of carbon/epoxy and carbon/vinylester composites used in the reinforcement and/or the repair of civil engineering structures. Composites Part B: Engineering 43, 2020–2030. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2012.01.001

Marouani, S., Curtil, L., Hamelin, P., 2011. Instability of the Performances of FRP Composites Implemented in Civil Engineering Environment: Experimental Study and Durability Implications. Polymer Composites, Volume: 20 issue: 4, page(s): 387-398. https://journals.sagepub.com/doi/abs/10.1177/096739111202000407

Marouani, S., Curtil, L., Hamelin, P., 2008. Composites realized by hand lay-up process in a civil engineering environment: initial properties and durability. Mater Struct 41, 831–851. https://doi.org/10.1617/s11527-007-9288-z

Maurey, H., 2019. Sécurité des ponts: éviter un drame. Rapport d'information N° 609. https://www.senat.fr/rap/r18-609/r18-609.html

McBain, J.W., Hopkins, D.G., 1925. On Adhesives and Adhesive Action. J. Phys. Chem. 29, 188–204. https://doi.org/10.1021/j150248a008

Mercadé, C., 2017. Modélisation de la dégradation d'un matériau composite carbone-époxy soumis à une sollicitation thermo-mécanique couplée. Application aux réservoirs d'hydrogène de type IV (Thèse). ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechique - Poitiers, 2017. Français. ⟨NNT : 2017ESMA0027⟩. ⟨tel-01696237⟩

Mercier, J., 2006. Prise en compte du vieillissement et de l'endommagement dans le dimensionnement de structures en matériaux composites (Thèse). Mécanique [physics.med-ph]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2006. Français. ⟨tel-00156986⟩

MISTRAS Group, n.d. Micro80 - 200-900 kHz Miniature AE Sensor. Acoustic Emission Systems and NDT Products by PHYSICAL ACOUSTICS. https://www.physicalacoustics.com

Misumi, J., Ganesh, R., Sockalingam, S., Gillespie, J.W., 2016. Experimental characterization of tensile properties of epoxy resin by using micro-fiber specimens. Journal of Reinforced Plastics and Composites 35, 1792–1801. Doi :10.1177/0731684416669248

Monternot, 1978. Guide du collage - H. Monternot. https://livre.fnac.com/a75162/H-Monternot-Guide-du-collage

Monti, A., El Mahi, A., Jendli, Z., Guillaumat, L., 2016. Mechanical behaviour and damage mechanisms analysis of a flax-fibre reinforced composite by acoustic emission. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 90, 100–110. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2016.07.002

Mortaigne, B., 2005. Vieillissement des composites - Mécanismes et méthodologie d'étude. Ref : TIP570WEB - "Corrosion Vieillissement." https://www.techniques-ingenieur.fr

Mouzakis, D.E., Dimogianopoulos, D.G., 2019.Acoustic emission detection of damage induced by simulated environmental conditioning in carbon fiber reinforced composites. Engineering Fracture Mechanics, Application of Acoustic Emission Techniques in Fracture Mechanics 210, 422–428. https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2018.04.037

Mukhtar, F.M., 2019. Customized shear test for bond-slip characterization of EBR FRP-concrete system: Influence of substrate aggregate type. Composites Part B: Engineering 163, 606–621. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.12.150

Naito, K.; Tanaka, Y.; Yang, J.M.; Kagawa, Y. 2009. Tensile and Flexural Properties of Single Carbon Fibres. -Proc. of 17th International Conference on Composite Materials, ICCM-17, Edinburgh, UK. https://www.semanticscholar.org

Nardin, M., 2006. Interface fibre-matrice dans les matériaux composites- Application aux fibres végétales. Renforcement des polymères par des fibres végétales- Journée Scientifique et Technique- AMAC, ed. avancés, R.d.c.e.d.m. Vol. 16, Hermes-Lavoisier.

NF EN 206/CN, 2014. NF EN 206/CN - Décembre 2014. https://www.boutique.afnor.org

NF EN 1330-9, 2017. Essais non destructifs-Terminologie-Partie 9: Termes utilisés en contrôle par émission acoustique. https://m.boutique.afnor.org

NF EN 1330-9 - Juillet 2017. Essais non destructifs terminologie partie 9 termes utilises en controle par emission acoustique. https://www.boutique.afnor.org

NF EN 12390-3, 2019. Essais pour béton durci — Partie 3 : Résistance à la compression des éprouvettes. https://www.boutique.afnor.org

NF EN 12614, 2005. Méthodes d'essais: Détermination de la température de transition vitreuse des polymères. https://www.boutique.afnor.org.

NF EN 13036-1, 2010. Caractéristiques de surface des routes et aérodromes - Méthodes d'essai - Partie 1 : mesurage de la profondeur de macrotexture de la surface d'un revêtement à l'aide d'une technique volumétrique à la tâche. https://m.boutique.afnor.org

NF EN ISO 14130, 1998. Composites plastiques renforcés de fibres - Détermination de la résistance au cisaillement interlaminaire apparent par essai de flexion sur appuis rapprochés. https://www.boutique.afnor.org

NF EN ISO 25178-2, 2012. Spécification géométrique des produits (GPS) - État de surface : surfacique - Partie 2 : termes, définitions et paramètres d'états de surface https://www.boutique.afnor.org

NF ISO 7211-1, 2017. Textiles — Tissus — Construction — Méthodes d'analyse — Partie 1 : Représentation du dessin d'armure, du rentrage, du piquage au peigne et du levage. https://www.boutique.afnor.org

Nguyen D.C, 2016. Caractérisation de l'interface fibre/matrice. Application aux composites polypropylène/chanvre (Thèse). Université technologique de Troyes (UTT). https://www.semanticscholar.org ⟨2016TROY0009⟩

Nguyen, T.H., 2013. Vieillissement artificiel et vieillissement naturel en ambiance tropicale de composites modèles époxy/verre : approche nanoscopique de l'étude des interphases. Autre. Université de Toulon; Université de Danang (Vietnam). Français. ⟨NNT : 2013TOUL0007⟩. ⟨tel-00942583⟩

Nicolas Terrien, n.d. Les moyens de C.N.D. associés aux structures composites. Centre Technique des Industries Mécaniques. https://docplayer.fr

Nishizaki, I., Kato, Y., 2011. Durability of the adhesive bond between continuous fibre sheet reinforcements and concrete in an outdoor environment. Construction and Building Materials, Composite Materials and Adhesive Bonding Technology 25, 515–522. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2010.04.067

Nishizaki, I., Labossiere, P., Neale, K., Demers, M., Tomiyama, T., 2011. Evaluation of the durability of CFRP sheets after climatic exposure. https://fr.scribd.com

Nishizaki, I., Labossière, P., Sarsaniuc, B., Sarsaniuc, Bodgan, 2005. Durability of CFRP Sheet Reinforcement through Exposure Tests. In: Proceedings of International Symposium on FRP Reinforcement for Concrete Structures FRPRCS-7, 2005, Kansas City, Missouri. pp. 1419-1428 https://www.quakewrap.com

Nouailhas, H., Saint-Macary, L., Fulcrand, H., Bergeret, A., CAILLOL, S., 2011. Développement de biocomposites en résine époxy biosourcée/fibres de lin par pultrusion pour la construction. 17èmes Journées Nationales sur les Composites (JNC17), Jun 2011, Poitiers-Futuroscope, France. pp.74. ⟨hal-00597998⟩

Ono, K., Gallego, A., 2012. Attenuation of Lamb Waves in CFRP Plates. J. Acoustic Emission, 30 (2012) pp.109-123. https://www.ndt.net

Philip, F., Godin, N., Deschanel, S., M. Leroy, J., Grosjean, F., Courbon, J., 2011. Caractérisation des endommagements d'un composite Carbone/PA12 par émission acoustique, in: AMAC (Ed.), 17èmes Journées Nationales Sur Les Composites (JNC17). Poitiers-Futuroscope, France, p. 211. ⟨hal-00597092⟩

Pillin, I., Kervoelen, A., Bourmaud, A., Goimard, J., Montrelay, N., Baley, C., 2011. Could oleaginous flax fibers be used as reinforcement for polymers? Industrial Crops and Products 34, 1556–1563. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2011.05.016

Pospíšil, J., Nešpurek, S., 2000. Photostabilization of coatings. Mechanisms and performance. Progress in Polymer Science 25, 1261–1335. https://doi.org/10.1016/S0079-6700(00)00029-0

Richaud, E., Verdu, J., 2011. Vieillissement chimique des polymères - Cinétique de dégradation. Ref : TIP100WEB - "Plastiques et composites." https://www.techniques-ingenieur.fr

Romhány, G., Karger-Kocsis, J., Czigány, T., 2003. Tensile Fracture and Failure Behavior of Thermoplastic Starch with Unidirectional and Cross-Ply Flax Fiber Reinforcements. Macromolecular Materials and Engineering 288, 699–707. https://doi.org/10.1002/mame.200300040

Rouch, M., 2018. Contribution à la compréhension des mécanismes de vieillissement hydrothermique de matériaux composites unidirectionnels polyester insaturé/fibre de

lin (Thèse). Matériaux. Normandie Université. Français. ⟨NNT : 2018NORMC210⟩. ⟨tel-01842261⟩

Rousseeuw, P.J., 1987. Silhouettes: A graphical aid to the interpretation and validation of cluster analysis. Journal of Computational and Applied Mathematics 20, 53–65. https://doi.org/10.1016/0377-0427(87)90125-7

Saeedifar, M., Najafabadi, M.A., Zarouchas, D., Toudeshky, H.H., Jalalvand, M., 2018. Clustering of interlaminar and intralaminar damages in laminated composites under indentation loading using Acoustic Emission. Composites Part B: Engineering 144, 206–219. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.02.028

Salvia, M., 2017. Résultats d'essais « caractérisation des matériaux en vue du choix du système bio. Rapport interne de l'ANR MICRO du Laboratoire LTDS, Ecole Centrale de Lyon

Sang, L., Wang, C., Wang, Y., Hou, W., 2018. Effects of hydrothermal aging on moisture absorption and property prediction of short carbon fiber reinforced polyamide 6 composites. Composites Part B: Engineering 153, 306–314. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.08.138

Sasse, H.R., Fiebrich, M., 1983. Adhesion between polymers and concrete / Adhésion entre polymères et béton. https://www.springer.com/gp/book/9780412290503

Sause, M.G.R., 2016. In Situ Monitoring of Fiber-Reinforced Composites: Theory, Basic Concepts, Methods, and Applications, Springer Series in Materials Science. Springer International Publishing. https://doi.org/10.1007/978-3-319-30954-5

Sause, M.G.R., Gribov, A., Unwin, A.R., Horn, S., 2012. Pattern recognition approach to identify natural clusters of acoustic emission signals. Pattern Recognition Letters 33, 17–23. https://doi.org/10.1016/j.patrec.2011.09.018

Savvilotidou, M., Vassilopoulos, A.P., Frigione, M., Keller, T., 2017. Development of physical and mechanical properties of a cold-curing structural adhesive in a wet bridge environment. Construction and Building Materials 144, 115–124. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.03.145

Schindel-Bidinelli, H., 1999. Pratique du collage industriel. https://www.lavoisier.fr

Schutte, C.L., McDonough, W., Shioya, M., McAuliffe, M., Greenwood, M., 1994. The use of a single-fibre fragmentation test to study environmental durability of interfaces/interphases between DGEBA/mPDA epoxy and glass fibre: the effect of moisture. Composites, Third International Conference on Interfacial Phenomena in Composite Materials 25, 617–624. https://doi.org/10.1016/0010-4361(94)90193-7

Scida, D., Assarar, M., Ayad, R., Poilâne, C., 2011. Effet de l'humidité sur le comportement mécanique des composites à fibres de lin, in: AMAC (Ed.), 17èmes Journées Nationales Sur Les Composites (JNC17). Poitiers-Futuroscope, France, p. 186. ⟨hal-00597760⟩

Scida, D., Assarar, M., Poilâne, C., Ayad, R., 2013. Influence of hygrothermal ageing on the damage mechanisms of flax-fibre reinforced epoxy composite. Composites Part B: Engineering 48, 51–58. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2012.12.010

Sen, R., 2015. Developments in the durability of FRP-concrete bond. Construction and Building Materials 78, 112–125. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.12.106

Serbescu, A., Guadagnini, M., Pilakoutas, K., 2013. Standardised double-shear test for determining bond of FRP to concrete and corresponding model development. Composites Part B: Engineering 55, 277–297.Doi : 10.1016/j.compositesb.2013.06.019

Sethi, S., Ray, B.C., 2015. Environmental effects on fibre reinforced polymeric composites: Evolving reasons and remarks on interfacial strength and stability. Advances in Colloid and Interface Science 217, 43–67. https://doi.org/10.1016/j.cis.2014.12.005

Shaoquan, W., Shangli, D., Yu, G., Yungang, S., 2017. Thermal ageing effects on mechanical properties and barely visible impact damage behavior of a carbon fiber reinforced bismaleimide composite. Materials & Design 115, 213–223. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.11.062

Shyichuk, A.V., White, J.R., Craig, I.H., Syrotynska, I.D., 2005. Comparison of UV-degradation depth-profiles in polyethylene, polypropylene and an ethylene–propylene copolymer. Polymer Degradation and Stability 88, 415–419. https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2004.12.006

Siron, O., Tsuda, H., 2000. Acoustic emission in carbon fibre-reinforced plastic materials. Annales de Chimie Science des Matériaux 25, 533–537. https://doi.org/10.1016/S0151-9107(01)80006-4

Skinner, S.M., Savage, R.L., Rutzler, J.E., 1953. Electrical Phenomena in Adhesion. I. Electron Atmospheres in Dielectrics. Journal of Applied Physics 24, 438–450. https://doi.org/10.1063/1.1721299

Soares, Sérgio; Sena-Cruz, José; Cruz, José Ricardo; Fernandes, Pedro. 2019. "Influence of Surface Preparation Method on the Bond Behavior of Externally Bonded CFRP Reinforcements in Concrete" *Materials* 12, no. 3: 414. https://doi.org/10.3390/ma12030414

Tabrizi, I.E., Kefal, A., Zanjani, J.S.M., Akalin, C., Yildiz, M., 2019a. Experimental and numerical investigation on fracture behavior of glass/carbon fiber hybrid composites using acoustic emission method and refined zigzag theory. Composite Structures 223, 110971. https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2019.110971

Tabrizi, I.E., Khan, R.M.A., Massarwa, E., Zanjani, J.S.M., Ali, H.Q., Demir, E., Yildiz, M., 2019b. Determining tab material for tensile test of CFRP laminates with combined usage of digital image correlation and acoustic emission techniques. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 127, 105623. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2019.105623

Thuault, A., 2011. Approche multi-échelle de la structure et du comportement mécanique d'une fibre de lin (Thèse). Chimie des Matériaux (TH207). Université de Caen. Doi : 10.13140/RG.2.1.1492.8085

Tsotsis, T.K., Weitsman, Y., 1994. A simple graphical method for determining diffusion parameters for two-stage sorption in composites. J Mater Sci Lett 13, 1635–1636. https://doi.org/10.1007/BF00704524

Unnorsson, R., 2013. Hit Detection and Determination in AE Bursts, in: Sikorski, W. (Ed.), Acoustic Emission - Research and Applications. InTech. https://doi.org/10.5772/54754

Verdu, J., 2002a. Vieillissement chimique : modélisation cinétique. Ref : TIP100WEB - "Plastiques et composites.". https://www.techniques-ingenieur.fr

Verdu, J., 2002b. Différents types de vieillissement chimique des plastiques . Ref : TIP100WEB - "Plastiques et composites.". https://www.techniques-ingenieur.fr

Verdu, J., 2000. Action de l'eau sur les plastiques. Ref : TIP100WEB - "Plastiques et composites.". https://www.techniques-ingenieur.fr

Viretto, A., Galy, J., 2018. Development of Biobased Epoxy Matrices for the Preparation of Green Composite Materials for Civil Engineering Applications. Macromolecular Materials and Engineering 303, 1700521. https://doi.org/10.1002/mame.201700521

Viretto, A., Galy, J., 2016. Rapport de Synthèse ANR Micro: Formulation d'une Résine Bio. 1–58. Rapport ANR interne d'étude du Laboratoire IMP - INSA de Lyon.

Weitsman, Y.J., 2000. 2.11 - Effects of Fluids on Polymeric Composites—A Review, in: Kelly, A., Zweben, C. (Eds.), Comprehensive Composite Materials. Pergamon, Oxford, pp. 369–401. https://doi.org/10.1016/B0-08-042993-9/00068-1

Weitsman, Y.J., Guo, Y.-J., 2002. A correlation between fluid-induced damage and anomalous fluid sorption in polymeric composites. Composites Science and Technology 62, 889–908. https://doi.org/10.1016/S0266-3538(02)00032-5

White, J.R., Shyichuk, A.V., 2007. Effect of stabilizer on scission and crosslinking rate changes during photo-oxidation of polypropylene. Polymer Degradation and Stability 92, 2095–2101. https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2007.07.013

Xu, D., Liu, P.F., Li, J.G., Chen, Z.P., 2019. Damage mode identification of adhesive composite joints under hygrothermal environment using acoustic emission and machine learning. Composite Structures 211, 351–363. https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2018.12.051

Yan, L., Chouw, N., Jayaraman, K., 2015. Effect of UV and water spraying on the mechanical properties of flax fabric reinforced polymer composites used for civil engineering applications, Materials & Design, Volume 71, 2015, Pages 17-25, https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.01.003.

Yan, L., Chouw, N., Jayaraman, K., 2014. Flax fibre and its composites – A review. Composites Part B: Engineering 56, 296–317. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2013.08.014

Yan Li, Bing Xue, 2016. Hydrothermal ageing mechanisms of unidirectional flax fabric reinforced epoxy composites, Polymer Degradation and Stability,Volume 126,Pages 144-158, https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2016.02.004.

Yang, Z., Li, J., 2019. Double shear test on bonding mechanical properties of sprayed FRP and concrete substrate. Composites Part B: Engineering 162, 388–396. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.12.080

Yilmaz, C., Yildiz, M., 2017. A study on correlating reduction in Poisson's ratio with transverse crack and delamination through acoustic emission signals. Polymer Testing 63, 47–53. https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2017.08.001

Yin, Y., Fan, Y., 2018. "Influence of Roughness on Shear Bonding Performance of CFRP-Concrete Interface" Materials 11, no. 10: 1875. https://doi.org/10.3390/ma11101875

Zanni-Deffarges, M.P., Shanahan, M.E.R., 1995. Diffusion of water into an epoxy adhesive: comparison between bulk behaviour and adhesive joints. International Journal of Adhesion and Adhesives 15, 137–142. https://doi.org/10.1016/0143-7496(95)91624-F

Zhong, Y., Cheng, M., Zhang, X., Hu, H., Cao, D., Li, S., 2019. Hygrothermal durability of glass and carbon fiber reinforced composites – A comparative study. Composite Structures 211, 134–143. https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2018.12.034

Zombré, W., 2019. Durabilité des matériaux composites dans un environnement Génie Civil : expérimentation multi-échelle et analyse statistique. Matériaux. Université de Lyon. Français. ⟨NNT : 2019LYSE1106⟩. ⟨tel-02312031⟩

Zucchelli, A., Dal, V., 2005. An experimental analysis of composite laminate progressive failure, in: 4rd Youth Symposium on Experimental Solid Mechanics, BOLOGNA. https://fdocuments.in

Liste des tableaux

Tableau 1 –Caractéristiques mécaniques des résines époxydes (Bardonnet, 1992)..... 7
Tableau 2 –Les avantages et les inconvénients des fibres de carbone (Chaabani, 2018) 10
Tableau 3 –Les avantages et les inconvénients des fibres naturelles (CARMA, 2006)..... 11
Tableau 4 –Compositions d'une fibre de lin 12
Tableau 5 –Propriétés mécaniques moyennes en traction de différentes fibres de lin. 14
Tableau 6 –Synthèse des recherches sur l'influence de la rugosité du substrat sur l'adhérence composite/béton..... 26
Tableau 7 – Pourcentage d'évolution des modules d'élasticités mesurés après les vieillissements accélérés (Marouani et al, 2012)..... 43
Tableau 8 –Synthèse des résultats sur les vieillissements des PRFC 44
Tableau 9 –Résistance en flexion de la résine A (MPa)..... 47
Tableau 10 –Résistance en flexion de la résine B (MPa)..... 47
Tableau 11 –Synthèse des résultats de vieillissement de PRFL..... 53
Tableau 12 –Synthèse de l'atténuation de l'amplitude suivante la fréquence d'EA 63
Tableau 13 – Les principaux paramètres d'EA discrète du domaine temporel..... 64
Tableau 14 – Les principaux paramètres du domaine fréquentiel..... 66
Tableau 15 – Synthèse des modes de ruptures des différents composites 70
Tableau 16 – Corrélation entre le dommage physique, le mécanisme de fracture et les paramètres de forme d'onde AE (Siron and Tsuda, 2000) 72
Tableau 17 – Synthèse des modes d'endommagement d'un PRFL non vieilli après différentes méthodes de classification 79
Tableau 18 – Synthèse des modes d'endommagement d'un PRFC non vieilli après différentes méthodes de classification 80
Tableau 19 – Synthèse des résultats du suivi des mécanismes d'endommagement des composites sous quelques conditions du vieillissement 84
Tableau 20 – Composants de la résine époxydique de FOREVA TFC (Viretto et Galy, 2016).... 87
Tableau 21 – Propriétés des deux résines époxydiques FOREVA TFC et Bio sourcée 89
Tableau 22:Propriétés des tissus bidirectionnel de fibres de carbone et unidirectionnel de fibres de lin 90
Tableau 23 – Synthèse des plaques des composites fabriquées par moulage au contact 92
Tableau 24 – Propriétés mécaniques minimales garanties d'un PRFC après 7 jours de cure(Freyssinet, 2014) 93
Tableau 25 – Formulation d'1 m^3 du béton C40/50..... 94
Tableau 26 – Synthèse des éprouvettes de béton renforcées par moulage au contact..... 98
Tableau 27 – Synthèse des vieillissements hygrothermiques..... 101
Tableau 28 – Comparaison des données climatiques de 2017 jusqu'à juin 2020 du climat de la région Villeurbanne- Lyon 102
Tableau 29 – Synthèse des formules pour calculer les performances mécaniques 111

Tableau 30: Paramètres de diffusion de PRFC et de résine TFC pour le vieillissement de V4 ... 133
Tableau 31 – Paramètres du modèle de « diffusion en deux étapes » pour quatre vieillissements du PRFC ... 134
Tableau 32 – Facteur d'accélération du VN à 2 ans ... 144
Tableau 33 – Facteur d'accélération du VN à 3 ans ... 144
Tableau 34 – Représentation des modes d'endommagement du PRFC après une classification des données acoustiques ... 157
Tableau 35 – Facteur d'accélération du VN à 2 ans ... 164
Tableau 36 – Facteur d'accélération du VN à 3 ans ... 164
Tableau 37 : Paramètres de diffusion de PRFL et de résine bio sourcée pour le vieillissement de V4 ... 166
Tableau 38 – Paramètres du modèle de diffusion en deux étapes pour quatre vieillissements de PRFL ... 167
Tableau 39 – Facteur d'accélération du VN-2 ans de PRFL ... 178
Tableau 40 – Facteur d'accélération du VN- 3 ans de PRFL ... 178
Tableau 41 – Facteur d'accélération du VN à 2 ans ... 197
Tableau 42 – Facteur d'accélération du VN à 3 ans ... 198
Tableau 43 – Paramètres du modèle Arrhenius pour les deux composites ... 206
Tableau 44 – Facteur d'accélération entre le VN de 1 à 3 ans et les VA de 3 mois à 24 mois ... 223
Tableau 45 – Facteur d'accélération entre le V6 et le VN- 2 ans ... 234
Tableau 46 – Synthèse des résultats principaux des essais de l'interface PRFC/béton ... 235
Tableau 47 – Facteurs d'accélération de VN de 1 à 3 ans par rapport aux VA de 3 mois à 24 mois pour l'interface PRFL/béton ... 242
Tableau 48 – Synthèse des résultats principaux des essais de l'interface PRFL/béton ... 251
Tableau 49 –Caractéristiques des thermoplastiques (Berthelot, 2012) ... 292
Tableau 50 –Caractéristiques des thermodurcissables (Berthelot, 2012) ... 292
Tableau 51 –Caractéristiques physiques de la résine TFC (Viretto and Galy, 2016) ... 292
Tableau 52 –Propriétés en traction des fibres de carbone commerciales (DUPUPET, 2008) ... 294
Tableau 53-Propriétés mécaniques de composites de fibres de carbone dans le commerce. ... 294
Tableau 54 –Propriétés des fibres naturelles (Balla et al. 2019) ... 295
Tableau 55 –Guides de recommandations ... 296
Tableau 56 –Synthèse des normes d'émission acoustique ... 296
Tableau 57 –Synthèse des techniques de mesure de la rugosité d'une surface ... 297
Tableau 58 – Prédimensionnement des dimensions de la bande du PRFL et PRFC ... 298

Table des figures

Figure 1 – Echelles des méthodologies expérimentales dans le projet ANR MICRO (Zombré, 2019) 2

Figure 2 – Schéma d'un matériau composite (CARMA, 2006) 4

Figure 3 – Structures moléculaires (Gendre, 2011):
(a) d'un polymère thermoplastique (b) d'un polymère thermodurcissable 5

Figure 4 – Comportement de différentes résines époxydes : (a) les éprouvettes de différentes épaisseurs (Fiedler et al. 2001), (b) Différentes résines époxydes 7

Figure 5 – Classification de fibres de renfort (Caramaro, 2006) 8

Figure 6 – Différents types d'armures pour le tissage des tissus (Berthelot, 2012) 9

Figure 7 – Comportements mécaniques de différentes fibres synthétiques (Hamelin, 2010) 9

Figure 8 – Famille des fibres végétales (Baley, 2004) 10

Figure 9 – Microstructure d'une fibre de lin (Baley, 2002) 12

Figure 10 – Influence de l'angle de micro fibrilles sur les modules de fibres (Lau et al, 2018) 13

Figure 11 – Courbe de la contrainte – déformation de la fibre du lin : (a) Traction simple de fibres élémentaires (Charlet et al, 2009) (b) Traction monotone de la fibre de lin (Thuault, 2011) 13

Figure 12 – Essai en traction de la fibre de lin sous un cycle de charge et suivi d'une décharge (Baley, 2002): (a) Courbe de contrainte - déformation (b) Microfibrilles de cellulose alignées à l'axe de traction 14

Figure 13 – Influence de la rugosité des substrats sur l'ancrage mécanique (Monternot, 1978) 15

Figure 14 – Modèle de faible cohésion (Bikerman,1967) 16

Figure 15 – (a)Adhésion chimique entre la résine époxyde et des fibres (Nardin, 2006)
(b)Adhésion chimique entre la résine époxyde et le ciment (Djouani et al, 2011) .. 17

Figure 16 – Interface fibre/matrice d'un composite (Sethi et Ray, 2015) 17

Figure 17 – Mécanisme d'endommagement élémentaire d'un composite unidirectionnel (Berthelot, 2012) 18

Figure 18 – Propagation de la rupture d'un composite : (a) forte adhérence fibre/matrice (b) faible adhérence fibre/matrice (Berthelot, 2012) 19

Figure 19 – (a) Comportement en traction simple d'un PRFC bidirectionnel (ligne pointillée jusqu'à rupture, ligne continue jusqu'à 70% de la résistance) (Carvelli et al, 2017) ; (b) Comparaison du module spécifique (rapport module/masse volumique du matériau) de unidirectionnel et bidirectionnel (Drapier, 2019) 20

Figure 20 – Comportement non linéaire (a) (Assarar et al, 2011) et méthode de calcul du module pour des composites unidirectionnels (a) (Baley et al, 2012) 21

Figure 21 – Méthode de calcul de deux modules pour (Bensadoun et al, 2016) 21

Figure 22 – Différents modes de sollicitation mécanique pour l'étude d'un joint collé (Chataigner et al, 2010) 22

Figure 23 – Différents modes de rupture pour un assemblage composite/béton (Chataigner et al, 2010) 22

Figure 24- Définition de la rugosité sur une coupe transversale de la surface (NF EN ISO 25178-2, 2012) 23

Figure 25 – Mesure de rugosité de la surface du béton (Yin et Fan, 2018) 24

Figure 26 – Interface composite/béton (Ha et al. 2013) : (a) après prjection sable/eau (b) après abrasion par brosse métalique (c) résistance à l'arrachement 24

Figure 27 – PRFC après les essais : (a) rupture adhésive et (b) rupture mixte adhésive-cohésive dans le béton (Aiello and Leone, 2008) 25

Figure 28 – Influence de rugosité sur les ruptures cohésive dans le béton (Soares et al, 2019): (a) Valeurs moyennes de rugosités pour plusieurs surfaces traitées (b) Hauteur du béton attachée au composite, (c) Influence de la rugosité sur les résistances en cisaillement (d) Relation entre les résistances en cisaillement et les rugosités moyennes. 26

Figure 29 – Causes du vieillissement pour les composites appliqués en génie civil (Marouani et al, 2012) 28

Figure 30 – Influence de la température sur la Tg de PRFC (Marouani et al, 2008) 29

Figure 31 – Effet de plastification dans une macromolécule (Verdu, 2002) 30

Figure 32 – Différent modèles de d'absorption d'eau (Weitsman, 2000) : W_t -Prise de masse au temps t, W_m -Prise de masse à l'état saturé, t-Temps de test 30

Figure 33- Modèle de diffusion en deux étapes et méthode grahique de déterminer une prise de masse saturée pour la prémière étape d'absorption (Tsotsis et Weitsman, 1994) 31

Figure 34 – Comparaison entre le vieillissement naturel et le vieillissement accéléré (Lacoste et Therias, 2015) 33

Figure 35 – Tg selon le temps pour différentes températures de cure (Marouani et al, 2012) 34

Figure 36 – Evolution des forces ultimes (a) et de Tg(b) des composites selon le temps (Marouani et al, 2011) 35

Figure 37 – Dégradations de fibres de lin soumises à différents vieillissements : vieillissement thermique à 70°C et vieillissement par immersion à 23°C ou à 70°C (Rouch, 2018) 37

Figure 38 – Diamètres des fils de lin immergés dans l'eau : (a) 2 semaines (b) 17 semaines (Yan Li. 2016) 38

Figure 39 – Schéma des parois principales de la fibre de lin : (a) orientation initiale des micro-fibrilles à l'intérieur de la paroi S2 (b) orientation des micro-fibrilles à l'intérieur de la paroi S2 (avec vieillissement hygrothermique) sous contrainte de traction (Scida et al. 2013) 38

Figure 40 – Evolutions des contraintes en flexion transversale de PRFC sous des conditions hygrothermiques (Hong et al,2018) 39

Figure 41 – Micrographies de rupture des éprouvettes non vieillies : (a) un échantillon fabriqué par moulage par injection et (b) un échantillon fabriqué par empilage de film de matrice PLLA. Les flèches indiquent l'interface (Le Duigou et al, 2009) .. 40

Figure 42 – Micrographies de rupture après 3 mois à l'eau de 40°C : (a) un échantillon fabriqué par moulage par injection et (b) un échantillon fabriqué par empilage de film de matrice PLLA. Les flèches indiquent l'interface (Le Duigou et al, 2009) .. 40

Figure 43–Courbes force-déplacement pour les éprouvettes non vieillies et vieillies (Nguyen D.C, 2016) 41

Figure 44 – Propriétés mécaniques de PRFC moulé au contact suivant les conditions de vieillissement(Cromwell et al,2011) :(a)rigidité (b) effort ultime par unité de largeur (c)déformation à la rupture 42

Figure 45 – Force ultime en traction en fonction de temps (a) et température de transition vitreuse en fonction de temps (b) (Marouani et al, 2012)..... 43

Figure 46 – Modes de rupture après l'essai en traction : composite de carbone – époxyde (solution alcaline 50°C) (Marouani et al, 2012) 44

Figure 47 – Influence du vieillissement naturel sur la surface des plaques de composites (Marouani et al, 2012) 46

Figure 48 – Force ultime en traction, module en traction et température de transition vitreuse en fonction du temps de vieillissement naturel (Marouani et al, 2012)..... 46

Figure 49 – Résistance au cisaillement fibre/matrice normalisée suivant le temps d'exposition (Nishizaki et al. 2005)..... 47

Figure 50 – Résistance de traction normalisée de composites suivant le temps d'exposition (Nishizaki et al, 2005)..... 48

Figure 51 – Effet de l'absorption d'eau sur l'interface fibre-matrice (Azwa et al, 2013) 49

Figure 52 – Réponse contrainte-déformation en traction pour PRFL (Scida et al, 2013)..... 50

Figure 53 – Evolutions des propriétés mécaniques du composite à base de fibres de lin exposé au vieillissement hygrothermique (Scida et al. 2013) 50

Figure 54 – Evolutions de la résistance et du module de PRFL sous les vieillissements hygrothermiques (Yan et Bing, 2016) 51

Figure 55 – Evolutions de la contrainte et du module de PRFL exposé au vieillissement naturel (Rouch, 2018) 52

Figure 56 –Evolution des performances mécaniques de PRFL sous vieillissement naturel (Hallonet et al, 2019) 53

Figure 57 – Schéma montrant la formation de cloques au niveau de l'interface (Bistac et al, 1998) 56

Figure 58 –(a)(b) Résistance à l'arrachement selon le temps vieilli pour 4 modèles d'interface béton-composite (c)(d) évolution de profile de déformation de l'interface entre le composite de carbone/résine époxyde et le béton ; CFS –collage par mouillage au contact (Benzarti et al, 2011) 58

Figure 59 – Résultats des essais de l'interface composite/béton : (a,b) résultats des essais de double cisaillement (c) résultats du test en flexion de trois points 59

Figure 60 – Résultats des essais de double cisaillement : (a,b) modes de rupture (c) Comportement en cisaillement de l'interface composite/béton (Hallonet, 2016) ... 60

Figure 61 – Synthèse des techniques non destructives pour le domaine des matériaux composites (Nicolas Terrien -Cetim)..... 61

Figure 62 – Schéma de l'essai d'émission acoustique (Marec et al, 2008) 62

Figure 63 – Symétrique et antisymétrique onde de Lamb (Holford et Lark, 2005)..... 63

Figure 64 – Réduction de l'amplitude suivante la distance mesurée par la dispersion (bleu), la dispersion et l'absorption du matériau (rouge), la dispersion et l'absorption du matériau et la diffusion géométrique (verte), les résultats expérimentaux (noix) (Asamene et al, 2015)..... 63

Figure 65 – Signal d'EA et ses paramètres principaux (Marec et al, 2008) 64

Figure 66 – Transformée de Fourier du salve d'EA (Sause, 2016)..... 65

Figure 67 – Corrélation entre les courbes des coups cumulés normalisés/ déformation normalisée avec les comportements contrainte/ déformation normalisée (Kuznetsova et al, 2013)..... 67

Figure 68: (a) Approche bilinéaire pour localiser le coude (b) corrélation entre la résistance de traction et le nombre d'événements cumulés (Baensch, 2015) 68

Figure 69 – Energie d'EA et ratio des énergies suivantes la déformation (Zucchelli et Dal, 2005)..... 68

Figure 70- Phases de l'endommagement lors de la traction simple d'un composite à base de fibres de lin unidirectionnelles (fraction volumique de fibres de 40%) (Romhány et al. 2003)..... 69

Figure 71- Distribution d'amplitude des événements AE dans les plages de charge (I, II et III) pour les composites avec renforcement UD en fonction de la teneur en lin. (Note: l'axe horizontal des diagrammes est l'amplitude [dB], le vertical est la distribution-relative [%]) (Romhány et al. 2003)..... 69

Figure 72- Différents mécanismes d'endommagement d'une mèche de fibre de lin (Romhány et al. 2003)..... 70

Figure 73- Définition des échelles de rupture à partir de la b value (Gutenberg–Richer)..... 71

Figure 74- Evoluions de la b value suivant le temps d'essai et les différentes positions du capteur d'EA (Jung et al, 2017)..... 71

Figure 75- Densité de signaux de tous essais élémentaires (temps de montée et l'amplitude (Philip et al, 2011)..... 73

Figure 76- Densité des évènements acoustiques pour les trois essais élémentaires, projetés dans le nombre de coups / amplitude (Philip et al, 2011)..... 74

Figure 77: Introduction à l'analyse en composantes principales (Marec et al, 2008)..... 75

Figure 78: Validation du nombre de classe optimal : (a) critère de Davies Bouldin (b) Critère de Silhouette (Godin et al, 2018)..... 76

Figure 79- Groupes d'endommagement et nombres d'événements cumulés du PRFC et PRFL (Ben Ameur et al, 2019)..... 78

Figure 80- (a) représentation des résultats obtenus après une classification des descripteurs du domaine fréquentiel (Sause et al, 2012) (b) distributions de la densité de chaque mode d'endommagement pour un PRFC (Azadi et al, 2018)..... 79

Figure 81- Distributions des amplitudes enregistrées pour un PRFL testé après des vieillissements hygrothermiques (Scida et al, 2013) 81

Figure 82- Evolution de la densité de l'amplitude d'un composite de fibres de lin aux vieillissements hygrothermiques (Scida et al. 2013) 81

Figure 83-relation linéaire entre la durée et le nombre de coups 82

Figure 84- Amplitudes des signaux d'EA selon le temps de test en traction pour PRFL : (a) non vieillissement ,(b) Vieillissement de 1 jour, (c) 3 jours , (d) 10 jours, (e) 20 jours. A: rupture de matrice, B: décohésion fibre- matrice, C: rupture de fibres (Assarar et al,2011) 83

Figure 85- Formulation chimique de la résine bio-sourcée (Viretto et Galy, 2018)..... 88

Figure 86- Tissu bidirectionel de fibres de carbone (Freyssinet, 2014)..... 89

Figure 87- Tissu unidirectionnel de fibres de lin (Groupe Depestele, 2017)..... 90

Figure 88- Fabrication d' une plaque de composite selon la méthode de moulage au contact 92

Figure 89- Courbes contrainte-déformation pour les différents composites UD à fibres de lin testés en flexion 3 points (Salvia, 2017)..... 93

Figure 90- (a,b) Coffrage en acier et blocs coulés et durcis pour éprouvettes de double cisaillement, (c,d) coffrage en bois et béton coulé et durci pour dallettes..... 95

Figure 91- (a) Etat naturel de la surface du béton (b) Ponçage par une scie diamantée (c) Sablage par projection de sable (Soares et al, 2019) 97

Figure 92- (a) Collage de PRFL sur une dallette (b) Collage de PRFC sur une éprouvette de double cisaillement 98

Figure 93- (a) Matrice de Hoke à 9 couplages (b) Matrice optimisée de Hoke à 6 couplages 100

Figure 94- (a) Viellissement de V1, V3, V5 dans les enceintes (b) Viellissement des plaques des composites de V2, V4, V6 dans les bains (c) Viellissement de l'interface composite/béton de V2, V4, V6 dans les bains 101

Figure 95- (a) Viellissement du laboratoire (b) Viellissement naturel..... 103

Figure 96- (a) Etalement d'un volume de sable sur un substrat (b) Mesure du cercle de sable étalé..... 104

Figure 97- Essai de compression d'un cube du béton..... 104

Figure 98- Thermogramme d'une calorimétrie différentielle à balayage pour un adhésif époxyde (Lee et al, 2019) 105

Figure 99 : (a) Discrimination entre une microfissure et un pore en se basant sur l'indice de circularité (Zombré, 2019) (b) image non traitée (c) élimination de la couleur grise et conservation de la couleur noire pour l'analyse de porosité..... 107

Figure 100- (a) Coupe du contour d'une plaque, (b) Eprouvette à tester..... 108

Figure 101- Géométrie d'une éprouvette de matrice 108

Figure 102- Test de traction d'une éprouvette de PRFC..... 109

Figure 103- Dimensions de la section tranversale d'une éprouvette 110

Figure 104- (a) Exploitation des résultats pour un PRFC, (b) Exploitation des résultats pour un PRFL..... 110

Figure 105 – (a) Structure d'une capteur piézoélectrique (Collins, 2010) 112
Figure 106 – Paramètres nécessaires pour une mesure d'EA (Unnorsson, 2013) 113
Figure 107 –Source HSU-Nielsen d'ondes ultrasonique 113
Figure 108 – (a) Disposition des capteurs µ80 d'EA (b) Test de traction simple et mesure d'EA 114
Figure 109 – (a) Evolution du nombre d'événements cumulés (b) Méthode de déterminer la position du coude sur une courbe du nombre d'événements cumulés (c) Détermination de la position exacte d'une coude 116
Figure 110: (a) calcul de l'énergie de rigidité stockée du composite PRFC 117
Figure 111: Variance restituée par les différentes composantes principales (a-c) Composite PRFC (d-f) Composite PRFL 118
Figure 112: Contribution de chaque descripteur sélectionné sur deux premières composantes principales : (a) composite PRFC (b) composite PRFL 118
Figure 113: Indicateurs Davies Bouldin et Silhouette pour : (a-c) composites PRFC (d-f) composites PRFL 119
Figure 114 – Préparation d'une éprouvette pour l'essai de cisaillement en traction 120
Figure 115 – (a) rupture transversale du composite PRFL par essai de cisaillement en traction, (b) shéma de montage de l'essai de flexion 3 points, (c) essai de flexion 3 points au laboratoire LMC^2 121
Figure 116 – (a)Préparation d'une dallette pour essai d'arrachement (b) Essai d'arrachement de l'interface composite/ béton 122
Figure 117 – Modes de rupture de l'essai d'arrachement 123
Figure 118 – Disposition des jauges sur une éprouvette pour l'essai de double cisaillement 124
Figure 119 : Loi de comportement en cisaillement de l'interface (AFGC, 2011) 125
Figure 120 : Profil de contraintes de cisaillement locales (Serbescu et al, 2013) 126
Figure 121 : Plan d'expérience pour les essais de traction simple 127
Figure 122 : Plan d'expérience pour les essais de cisaillement interlaminaire 127
Figure 123 : Plan d'expérience pour les essais d'arrachement par traction directe 128
Figure 124 : Plan d'expérience pour les essais de double cisaillement 128
Figure 125 : Plan d'expérience pour les essais physico-chimiques 129
Figure 126 : Prise de masse de la résine TFC et des plaques PRFC en fonction de la racine du temps pour le vieillissement de V4 132
Figure 127 : Prise de masse de PRFC en fonction de la racine du temps pour 4 conditions du vieillissement 133
Figure 128 : Comparaison entre les simulations par le modèle « à deux étapes » et les données expérimentales de PRFC soumis aux conditions de vieillissement humides 134
Figure 129: Application de la relation de type Arrhenius pour les coefficients de diffusion des composites PRFC immergés dans l'eau à différentes températures 135
Figure 130 : Evolution de la T_g des échantillons de résine TFC exposés aux vieillissements V4 et VL à court terme 136

Figure 131 : Evolution de la T_g des échantillons du composite PRFC exposés aux diverses conditions du vieillissement. 136

Figure 132 : Courbes contrainte/ déformation de la résine TFC pour les vieillissements de VL et V4..... 137

Figure 133 : Evolution des performances mécaniques de la résine TFC pour les vieillissements de VL et V4..... 138

Figure 134: Modes de rupture de PRFC exposés aux six conditions du vieillissement..... 139

Figure 135 : Résultats des essais de traction réalisés dans les deux laboratoires (IFSTTAR et LMC2) sur le PRFC non vieilli : (a) capacité de traction (b) rigidité (c) déformation ultime 140

Figure 136 : Résultats des essais de traction réalisés dans les deux laboratoires (IFSTTAR et LMC2) sur les PRFCs vieillis : (a) effort maximal par unité de largeur (b) rigidité (c) déformation ultime 142

Figure 137: Evolution des modes de rupture de PRFC pour le vieillissement de V4 et VL.. 145

Figure 138: Evolution des comportements de PRFC pour le vieillissement de V4 et VL..... 146

Figure 139: Evolution des propeiétés mécaniques de PRFC pour le vieillissement de V4 et VL : (a) effort sur unité de largeur (b) rigidité (c) déformation ultime 148

Figure 140: Clichés tomographiques du composite PRFC. Echelle : 1 pixel = 5µm..... 149

Figure 141: Evolution des taux volumiques de porosité déterminés par analyse d'images pour l'échéance de 24 mois du vieillissement 150

Figure 142: Clichés tomographiques du composite PRFC pour les éprouvettes rompues. Echelle : 1 pixel = 5µm..... 152

Figure 143: Evolution des taux volumiques de porosité déterminés par analyse d'images pour VL et V4 152

Figure 144: Détermination des coudes du composite PRFC exposé aux vieillissements V4 et VL : T1-5 semaines, T2-10 semaines, T3-16 semaines, T4- 24 semaines 154

Figure 145: Evolution des caractéristiques des coudes en fonction du temps de vieillissement pour le composite PRFC. 155

Figure 146: Evolution de la fonction Sentry du composite PRFC pour l'échantillon non vieilli et les éprouvettes exposées aux vieillissements VL et V4 à 24 semaines 156

Figure 147: Résultats de la classification des modes d'endommagement du composite PRFC de référence (T0-aucun vieillissement) et du vieillissement V4 à 24 semaines 159

Figure 148: Résultats de la classification des modes d'endommagement du composite PRFC de référence (T0-aucun vieillissement) et du vieillissement VL à 24 semaines.... 160

Figure 149: Modes de rupture du composite PRFC exposé aux divers vieillissements par l'essai de cisaillement interlaminaire..... 162

Figure 150: Evolution de la résistance au cisaillement de PRFC pour les vieillissements accélérés et le vieillissement naturel..... 163

Figure 151 : Prise de masse de la résine bio-sourcée et du PRFL en fonction de la racine du temps pour le vieillissement V4 166

Figure 152 : Prise de masse du composite PRFL en fonction de la racine du temps pour les quatre vieillissements V2, V4, V5 et V6 167

Figure 153 : Simulation du modèle de diffussion en deux étapes pour la sorption d'eau de PRFL 168

Figure 154 : Application de la relation de type Arrhenius pour les coefficients de diffusion des composites PRFL immergés dans l'eau à différentes températures 168

Figure 155 : Résultats de Tg de la résine bio sourcée exposée aux vieillissements V4 et VL 169

Figure 156 : Résultats de T_g de PRFL exposé aux différentes conditions du vieillissement accéléré de 24 mois et au vieillissement naturel de 3 ans (Chlela, 2019) 170

Figure 157 : Courbes contrainte/ déformation de la résine bio sourcée pour les vieillissements V4 (a) et VL (b) 171

Figure 158 : Diagrammes de la résistance de traction et de la déformation ultime de la résine bio sourcée pour les vieillissements VL et V4 172

Figure 159 : Modes de rupture des PRFL après vieillissements accélérés et naturel de 24 mois 173

Figure 160 : Résultats des essais de traction réalisés dans les deux laboratoires (IFSTTAR et LMC2) sur le PRFL non vieilli : (a) capacité de traction (b) rigidité E2 (c) déformation ultime..... 174

Figure 161 : Résultats des essais de traction réalisés dans les deux laboratoires (IFSTTAR et LMC2) sur les PRFLs vieillis : (a) effort maximal sur unité de largeur (b) rigidité R2 (c) déformation ultime 176

Figure 162: Evolution des modes de rupture de PRFL pour les vieillissements V4 et VL ... 179

Figure 163: Evolution des comportements de PRFL pour le vieillissement : VL (a) et V4 (b) 180

Figure 164: Evolution des propriétés mécaniques de PRFL pour le vieillissement V4 et VL : (a) effort par unité de largeur (b) déformation ultime (c) rigidité R1 (d) rigidité R2 182

Figure 165: Clichés tomographiques du composite PRFL. Echelle : 1 pixel = 5µm 184

Figure 166: Evolution du taux volumique de microfissures et de pores du composite PRFL soumis aux divers vieillissements..... 185

Figure 167: Clichés tomographiques du composite PRFL pour les éprouvettes rompues. Echelle : 1 pixel = 5µm..... 187

Figure 168: Evolution du taux volumique de microfissures et de porosités circulaires du composite PRFL soumis aux vieillissements VL et V4 187

Figure 169: Détermination des coudes du composite PRFL exposé aux vieillissements V4 et VL : T1-5 semaines, T2-10 semaines, T3-16 semaines, T4- 24 semaines 189

Figure 170: Corrélation entre l'effort maximal par unité de largeur avec le nombre d'événements au coude pour composite PRFL exposé aux vieillissements V4 et VL : T1-5 semaines, T2-10 semaines, T3-16 semaines, T4- 24 semaine..... 190

Figure 171: Evolution des caractéristiques des coudes en fonction du temps de vieillissement pour le composite PRFL. 190

Figure 172: Evolution de la fonction Sentry du composite PRFL pour l'échantillon non vieilli et les éprouvettes exposées aux vieillissements VL et V4 à 24 semaines 191

Figure 173: Résultats de la classification des modes d'endommagement du composite PRFL de référence (T0-aucun vieillissement) et du vieillissement VL à 24 semaines.... 193

Figure 174: Résultats de la classification des modes d'endommagement du composite PRFL de référence (T0-aucun vieillissement) et du vieillissement V4 à 24 semaines 194

Figure 175: Modes de rupture après essai de flexion 3 points : (a) rupture d'une éprouvette non vieillie (Chlela, 2019) (b) rupture d'une éprouvette immergée dans l'eau (Chlela, 2019) (c) rupture d'un échantillon du vieillissement naturel à 3 ans..... 196

Figure 176: Evolution de la résistance au cisaillement interlaminaire de PRFL exposé aux différents vieillissement. 197

Figure 177: Comparaison de la masse d'eau absorbée : (a) Résine époxyde TFC et résine bio sourcée, (b) composite PRFC et PRFL 200

Figure 178: Comparaison de la température de transition vitreuse de deux matrices exposées aux vieillissements VL et V4 201

Figure 179: Comparaison des taux volumiques de porosités entre deux composites: (a) Résultats du vieillissement V4, (b) Résultats du vieillissement VL..... 202

Figure 180: Comparaison des propriétés mécaniques entre le composite PRFC et le composite PRFL exposés aux vieillissements V4 et VL 203

Figure 181: Comparaison de l'évolution de la masse d'eau absorbée entre deux composites PRFC et PRFL soumis aux quatre conditions de vieillissement 205

Figure 182: Comparaison de la température de transition vitreuse entre les deux composites 207

Figure 183: Comparaison des résultats de l'essai de tomographie : (a) taux volumique de microfissures, (b) taux volumique de porosités circulaires 208

Figure 184: Comparaison les propriétés mécaniques en traction entre deux composites 211

Figure 185: Comparaison la résistance au cisaillement interlaminaire entre deux compsites212

Figure 186- (a,d) Etat naturel de la surface du béton, (b,e) état de la surface du béton après le ponçage, (c,f) état de la surface du béton après le sablage 215

Figure 187 : Evolution de la rugosité pour chaque technique de traitement de surface des dallettes 216

Figure 188 : a) Résistance en compression du béton, (b) Résistance à l'arrachement de l'état NA, (c) Résistance à l'arrachement de l'état PO, (d) Résistance à l'arrachement de l'état SB 217

Figure 189 : Evolution de la résistance à l'arrachement du béton pur sous diverses conditions de vieillissement 218

Figure 190 : Evolution du mode de rupture d'arrachement PRFC/béton :(a) T0, (b) (c) (d) vieillissement V4 V5 V6, (e) (f) (g) Vieillissement naturel de 1 an, 2 ans, 3 ans . 220

Figure 191 : a) Comparaison de la résistance à l'arrachement entre les deux laboratoires impliqués dans le projet ANR MICRO, (b) Evolution de la résistance à l'arrachement sous diverses conditions de vieillissement 222

Figure 192 : Evolution des modes de rupture de l'interface PRFC/béton 224

Figure 193 : Résistance à l'arrachement pour le vieillissement V4 225

Figure 194 : Résistance à l'arrachement pour le vieillissement VL 226

Figure 195 : Evolution de modes de rupture (a) T0, (b) V6-T24 mois, (c) VN-1 an,(d) VN-2 ans 228

Figure 196 : Evolution des charges à rupture 229

Figure 197 : Comportement du joint époxyde en cisaillement: (a) pour V6 (b) pour VN (c) définition des points caractéristiques 229

Figure 198: Evolution de trois points caractéristiques pour deux vieillissements V6 et VN: (a) évolution de la contrainte de cisaillement (b) évolution de la déformation de cisaillement 230

Figure 199 Evolution du comportement de PRFC: (a) T0 et vieillissement V6 (b) T0 et vieillissement VN 231

Figure 200 Evolution des profils de la contrainte de cisaillement locale et des profils de la déformation locale pour deux vieillissement V6 et VN 233

Figure 201 : Facies de rupture après les essais d'arrachement sur PRFL/béton :(a) T0, (b) (c) (d) VA : V4 V5 V6, (e) (f) (g) VN de 1 an, 2 ans, 3 ans 239

Figure 202 : a) Comparaison de la résistance à l'arrachement à T0 entre les deux laboratoires (b) Evolution de la résistance à l'arrachement sous les diverses conditions de vieillissement 241

Figure 203 : Evolution des modes de rupture des dallettes exposées aux vieillissements VL et V4 243

Figure 204 : Résistance à l'arrachement et rugosités des dallettes exposées au vieillissement V4 244

Figure 205 : Résistances à l'arrachement et rugosités des dallettes exposées au vieillissement VL 245

Figure 206 : Différents modes de rupture des échantillons de double cisaillement exposés au vieillissement V6 : (a) T0 (b)T 6 mois (c) T12 mois (d) T24 mois 246

Figure 207 : (a) évolution des charges à rupture, (b) lois de comportement en cisaillement 247

Figure 208 : (a) évolution des contraintes de cisaillement, (b) évolution des déformations de cisaillement 248

Figure 209 : Lois de comportement des deux PRFLs collés sur les échantillons de double cisaillement 249

Figure 210 : Profils des contraintes et déformations de cisaillement locales pour V6 et VN 250

Figure 211-Comparaison de la résistance à l'arracchement PRFC ou PRFL/béton de l'état PO pour deux vieillissements VL et V4 254

Figure 212- Comparaison de la résistance à l'arracchement PRFC ou PRFL/béton de l'état SB pour deux vieillissements VL et V4 255

Figure 213- Comparaison de la résistance à l'arracchement PRFC ou PRFL/béton de l'état SB pour deux vieillissements VL et V4 255

Figure 214-Comparaison de la résistance à l'arrachement entre deux composites : (a) Vieillisseents V1 V3 V5, (b) Vieillissement V2 V4 V6, (c) Vieillissement naturel 258

Figure 215-Comparaison de la contrainte et de la déformation de cissaillement entre deux composites pour le vieillissement V6 260

Figure 216-Comparaison des longueurs d'ancrage efficace des deux composites 261

Figure 217 – Synthèse de prépolymère époxyde DGEBA (Barrere et Maso, 1997) 292

Figure 218 – Processus de polymérisation d'une résine époxydes (Barrere et Maso, 1997) la réactivité des amines primaires (1), la réactivité des amines secondaires (2) et la formation des chaîne linéaires (type I) ou des branchements en chaîne (type II) (3) 293

Figure 219 – Diagramme TTT des températures critiques et des états transformés pour un thermodurcissable (Gillham et al, 1987) 293

Figure 220 – Courbe de la contrainte – déformation de fibres traitées (Alix et al, 2009) 295

Figure 221- Données de la température de 2017 au juin 2020 pour la ville de Lyon 298

Figure 222- Données de la précipitation de 2017 au juin 2020 pour la ville de Lyon 299

Figure 223- Données des heures d'ensoleillement de 2017 au juin 2020 pour la ville de Lyon 299

ANNEXES

ANNEXE 1

- ***Caractéristiques physico-mécaniques de polymères***

Tableau 49 –Caractéristiques des thermoplastiques (Berthelot, 2012)

Résines	***Masse volumique (kg/m3)***	***Contrainte à la rupture (MPa)***	***Module d'élasticité (GPa)***	***Température de fléchissement sous charge (°C)***
Polypropylène	*900*	*20-35*	*1,1-1,4*	*50-60*
Polyamide	*1140*	60-85	1,2-2,5	65-100

Tableau 50 –Caractéristiques des thermodurcissables (Berthelot, 2012)

Résines	***Masse volumique (kg/m3)***	***Contrainte à la rupture (MPa)***	***Module d'élasticité (GPa)***	***Allongement à la rupture (%)***	***Température de fléchissement sous charge (°C)***
Polyesters	*1200*	*50-80*	*2,8-3,5*	*2-5*	*60-100*
Phénoliques	*1200*	40	3-5	2,5	120
Epoxydes	*1100-1500*	60-80	3-5	2-5	290

Tableau 51 –Caractéristiques physiques de la résine TFC (Viretto and Galy, 2016)

Propriétés	**Grandeurs caractéristiques**	**Valeur cible**	**Méthode de détermination**
Réactivité	*Durée de vie en pot*	~60 min (à 25°C)	Fournie par Freyssinet
	Temps de gel	~80 min (à 40°C)	Rhéomètre rotatif
	T_{pic}	117°C	DSC à 10°C/min
Propriétés thermomécaniques	*Tg (réticulation à $T_{ambiante}$)*	> 50°C	DSC à 10°C/min
	Tα	> 59°C	DMA
	Module E' à 20°C	~3,8 GPa	DMA
Prise en eau	*Gain de masse après immersion à 24°C*	< 6%	Mesure gravimétrique

- ***Composition chimique d'un prépolymère époxyde et processus de polymérisation d'une résine époxyde***

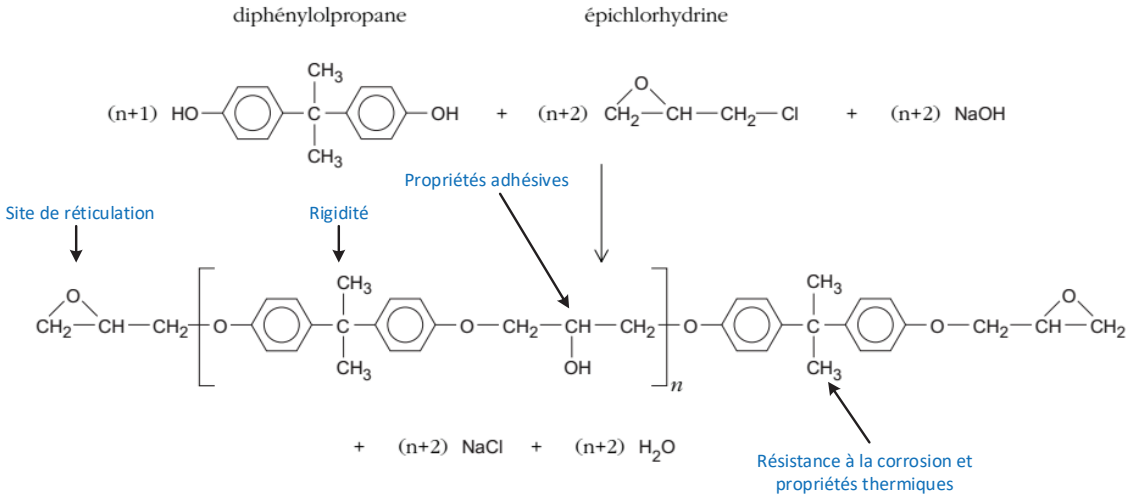


Figure 217 – Synthèse de prépolymère époxyde DGEBA (Barrere et Maso, 1997)

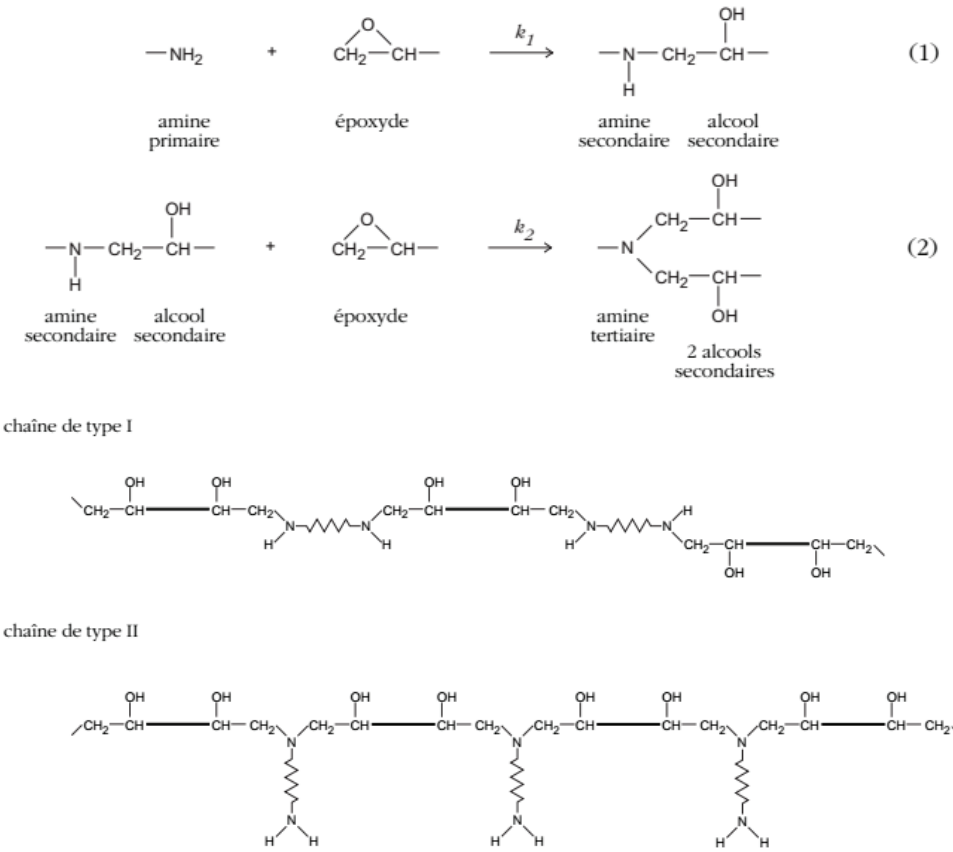


Figure 218 – Processus de polymérisation d'une résine époxydes (Barrere et Maso, 1997) la réactivité des amines primaires (1), la réactivité des amines secondaires (2) et la formation des chaîne linéaires (type I) ou des branchements en chaîne (type II) (3)

- ***Evolution des états d'un thermodurcissable en fonction de la température***

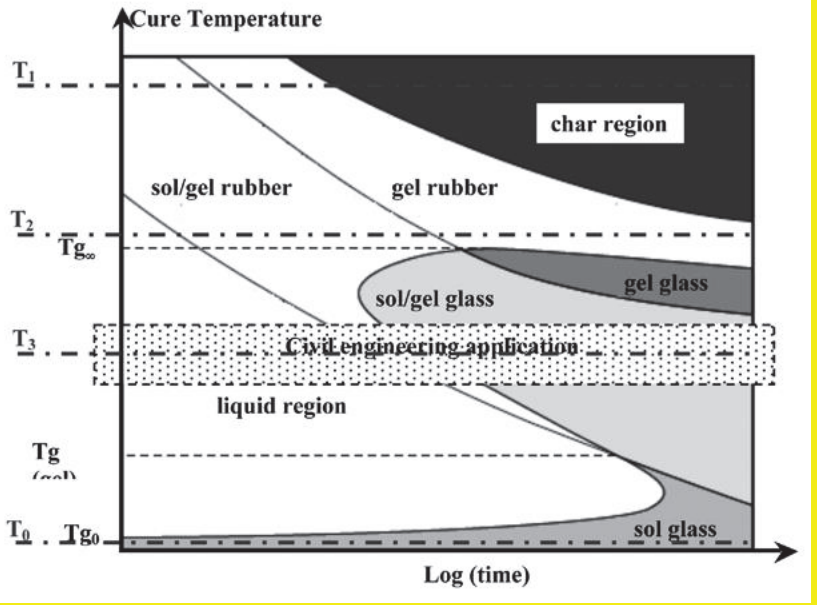


Figure 219 – Diagramme TTT des températures critiques et des états transformés pour un thermodurcissable (Gillham et al, 1987)

ANNEXE 2

- ***Performances mécaniques des fibres de renfort et des PRFCs***

Tableau 52 –Propriétés en traction des fibres de carbone commerciales (Dupupet, 2008)

Fabricant	Nom commercial		Classe	E (GPa)	σ (MPa)	ε (%)	Précurseurs
Toray (Asie) Soficar (Europe) CFA (USA)	Toray car	T300	HR	230	3530	1,5	PAN
		T300 J	HR	230	4210	1,8	
		T400 H	HR	250	4410	1,8	
		T700 S	HR	230	4900	2,1	
		T800 H	IM	294	5490	1,9	
		T800 S	IM	294	6370	2,2	
		T1000 G	HM	377	4410	1,2	
		M40	HM	475	4120	0,8	
		M40 J	HM	540	4020	0,8	
		M46 J	HM	588	3920	0,7	
		T400 H	HR	250	4410	1,8	
Cytec (USA)	Thornel	P-55 S	HM	380	1900	0,5	Brai mésophase
		P-75 S	HM	520	2100	0,4	
		P-100 S	THM	760	2410	0,3	
		P-120 S	THM	825	2410	0,3	

Tableau 53-Propriétés mécaniques de composites de fibres de carbone dans le commerce.

Procédé	Société	Mise en œuvre	Fibres	Conditionnement	Epaisseur (lamelle/tissu)	Résine Epoxy	Contrainte (MPa)	Module (GPa)	ε (%)
Foreva TFC	Freysinnet	Stratification au contact	Carbone	2D -500g/m²	0,48 mm	Foreva Epx	> 1 700	105	≥ 1,5
Foreva LFC	Freysinnet	Pultrudé	Carbone	2D	1,2 mm	Foreva Epx SC 980	> 3 000	160	≥ 1,7
ROCC+ N°3	GTM	Stratification au contact	Carbone	UD -610 g/m²	1 mm	Sikadur 300	700	70	1,0
Sika Wrap	Sika	Stratification au contact	Carbone	2D -230 g/m² 2D -600 g/m²	0,13 mm 0,33 mm	Sika 330	> 3 200 > 2 400	> 220 > 200	1,4 1,4
Sika CarboDur	Sika	Pultrudé	Carbone	-	1,2 mm 1,4 mm	Sika 300	> 2 800 > 2 900	> 160 > 200	> 1,7 > 1,35
Compodex C12	Etandex	Pultrudé	Carbone	-	1,4 mm	Etancol 492/ Ostral 750	> 2 800	> 160	> 1,6
V2C N°1	VSL	Pultrudé	Carbone	-	1,2 mm 1,4 mm	Epoxy P204	> 2 300 > 2 500	> 164 > 205	> 1,4 > 1,3
V2C N°2	VSL	Stratification au contact	Carbone	UD -200 g/m² UD -300 g/m² UD -400 g/m²	0,117 mm 0,176 mm 1,19 mm	S3 de SRS	580 540 280	84 76,8 173	> 1,25 > 1,25 > 0,25

Tableau 54 –Propriétés des fibres naturelles (Balla et al. 2019)

Fibre	Densité (kg/m ^{3})	Résistance en traction (MPa)	Module d'Young (GPa)	Allongement à rupture (%)
Juste	1 300-1500	187-800	3-64	1,5-1,8
Lin	**1500**	**343-1834**	**8-100**	**1,2-4**
Kenaf	1450	215-930	35-53	1,5
Chanvre	1480	95-1735	2,8-90	1,5-51,4
Ramie	1500	290-1060	5-128	1,2-4,6
Bambu	600-1100	140-230	11-17	3,8-5,8
Sisal	1500	80-855	9-38	1,9-14
Cotton	1500-1600	220-840	4,5-12,6	2-10

- ***Influence du traitement de la fibre de lin sur son comportement***

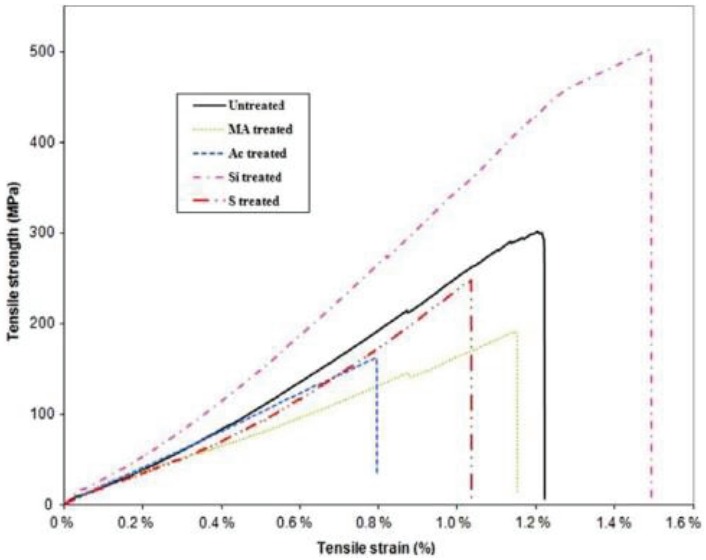


Figure 220 – Courbe de la contrainte – déformation de fibres traitées (Alix et al, 2009)

- ***Guides de recommandations et normes d'émission acoustique***

Tableau 55 –Guides de recommandations

Nom de Guide	
France	AFGC (2011) (Association Française de Génie Civil 2011) : Réparation et renforcement des structures en béton au moyen des matériaux composites, Bulletin Scientifique et Technique de l'AFGC
Groupement Européen	Fib Bulletin 14 (2001) (Fib Bulletin 14 2001) : Fédération Internationale du Béton (FIB)- (2001). Externally bonded FRP reinforcement for RC structures. Bulletin 14 et Bulletin 40, Lausanne, Suisse.
Italie	CNR-DT (2013) (CNR-DT 200 R1/2013 2013) : Guide for the Design and Construction of Externally Bonded FRP Systems for Strengthening Existing Structures – Materials, RC and PC structures, masonry structures, CNR-DT 200 R1/2013, Italian National Research Council, Rome.
Etats-Unis	ACI Committee 440.2R-08 (2008) (ACI 2004) : Guide for the Design and Construction of Externally Bonded FRP Systems for Strengthening Concrete Structures, American Concrete Institute, Michigan.
Japon	JSCE (2001) (JSCE 2001) : Recommendation for Upgrading of Concrete Structures with use of Continuous Fiber Sheets, Concrete Engineering Series 41, Japan Society of Civil Engineers, Tokyo.
Canada	ISIS Design Manual No. 4 (2007) (ISIS Canada 2001): Strengthening Reinforced Concrete Structures with Externally—Bonded Fibre Reinforced Polymers (FRPs). ISIS Canada.
Grande-Bretagne	TR55 (2000) (British Concrete Society 2000) : Design guidance for strengthening concrete structures using fiber composite materials, Technical Report No.55 of the Concrete Society, UK.

Tableau 56 –Synthèse des normes d'émission acoustique

Norme	Application
NF EN 1330-9	Essais non-destructifs - Terminologie - Partie 9 : termes utilisés en contrôle par émission acoustique
NF EN 13477-1	Essais non destructifs - Émission acoustique - Caractérisation de l'équipement - Partie 1 : description de l'équipement
NF EN 13477-2	Essais non destructifs - Émission acoustique - Caractérisation de l'équipement - Partie 2 : vérifications des caractéristiques de fonctionnement
NF EN 13554	Essais non destructifs - Émission acoustique - Principes généraux
NF EN 14584	Essais non destructifs - Essais d'émission acoustique - Contrôle des équipements métalliques sous pression pendant l'épreuve - Localisation planaire des sources d'EA
NF EN 15495	Essais non destructifs - Émission acoustique - Vérification des équipements métalliques sous pression pendant l'épreuve - Localisation par zone des sources d'EA

ANNEXE 3

- ***Techniques de mesure de la rugosité d'une surface***

Tableau 57 –Synthèse des techniques de mesure de la rugosité d'une surface

	Appareil	Valeur minimale de rugosité mesurée
Mesure à contact	Rugosimètre	0,05 µm-0,8 µm
Mesure par évaluation relative	Comparateur	Norme ISO 8503-2 Type G angulaire avec 4 segments : 23-28 ; 50-70 ; 85-115 ; 130-170 µm Type S sphérique avec 4 segments : 23-28 ; 35-45 ; 60-80 ; 85-115 µm
Mesure sur le profil répliqué d'un ruban collé	Ruban adhésif	Norme ISO 8503-5 0,1-127 µm
Essai à la tâche volumique	Sable fin	Norme NF EN 13036-1 Profondeur Moyenne de Texture de 0,1 à 3mm
Méthode profilométrique	Potentiomètre optique	Norme NF EN 13473 -1 Valeur moyenne arithmétique du profil 0,25-1,1 mm
Mesure au Pendule SRT (Skid Resistance Tester)	Le frottement du patin en caoutchouc sur la surface à mesurer	Norme NF EN 13036-4 Coefficient de frottement de

- ***Pré-dimensionnement de l'épaisseur de la bande composite pour l'essai de double cisaillement***

L'essai de double cisaillement demande qu'une fissuration du béton et une rupture de l'interface apparaissent avant la rupture du composite. Selon les recommandations de l'AFGC (2011b), les spécimens devraient être dimensionnés de façon à solliciter le renfort en partie centrale à 70% de la contrainte à rupture du composite σ_u. La force ultime lors de l'essai de double cisaillement s'obtient par la formule (0.1):

$$F = \sigma_u . e_p . b_f \qquad (0.1)$$

Où F est la force appliquée à la rupture. e_p et b_f sont respectivement l'épaisseur nette et la largeur du composite collé. L'épaisseur théorique totale d'une bande composite pour l'essai de double cisaillement est alors déduite par la formule (0.2) :

$$e_p^{théorique} = \frac{F}{0{,}7 . \sigma_u . b_f} \qquad (0.2)$$

En référence des recherches précédentes de Chlela (2019) et Viretto et Galy, (2018) dans le cadre du projet MICRO, la valeur de la contrainte nette ultime de PRFL est environ de 180 MPa. Selon la recherche de Zombré (2019), la contrainte nette ultime de PRFC est environ de 694 MPa. Les dimensions des bandes de PRFL et PRFC sont données dans le Tableau 58.

Tableau 58 – Prédimensionnement des dimensions de la bande du PRFL et PRFC

	σ_u (MPa)	b_f (mm)	ep_{nette} (mm)	F_{ultime} (N)	Nb plis	$ep_{théorique}$ (mm)
PRFL	180	60	0.49	52920	**5 plis x 2 surfaces (4.9mm)**	**3.43**
PRFC	694	60	0.48	40000	**2 plis x 2 surfaces (0.96 mm)**	**0.67**

- ***Données climatiques de la région Villeurbanne -Lyon***

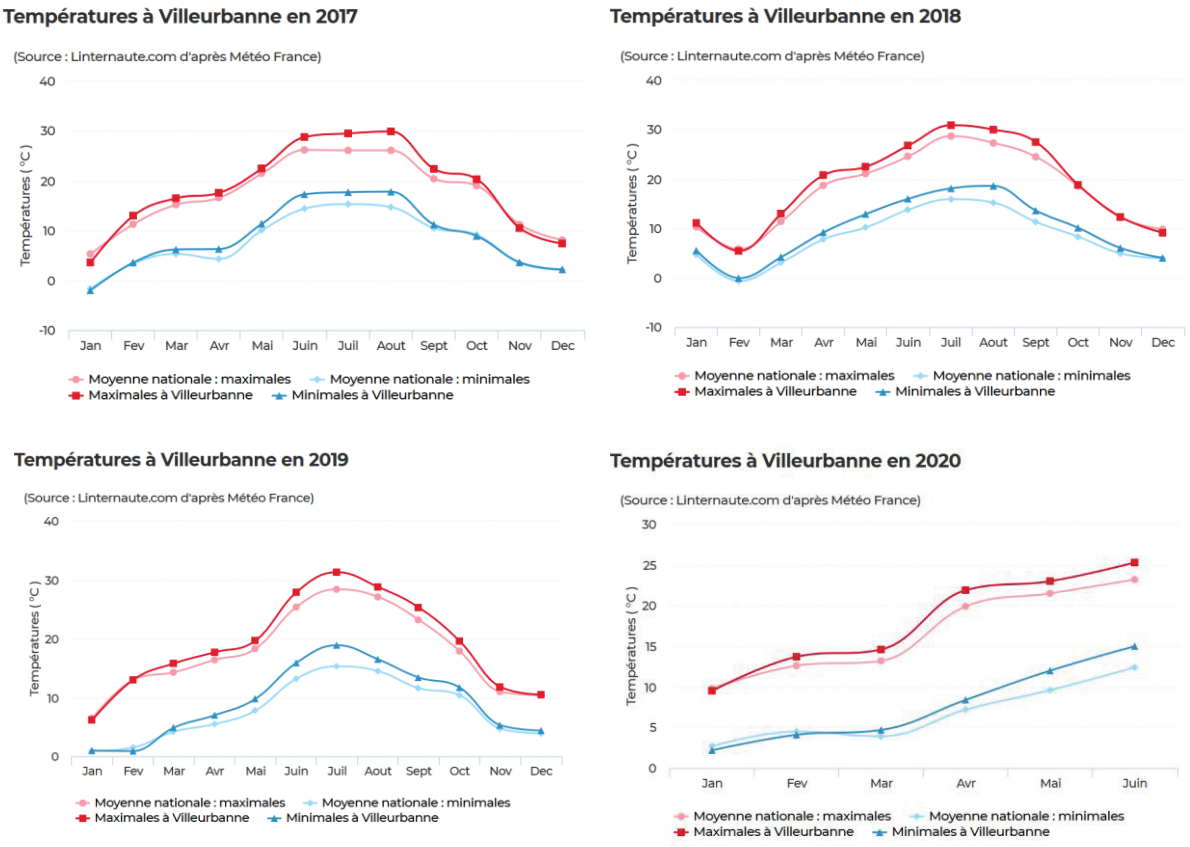


Figure 221- Données de la température de 2017 au juin 2020 pour la ville de Lyon

Figure 222- Données de la précipitation de 2017 au juin 2020 pour la ville de Lyon

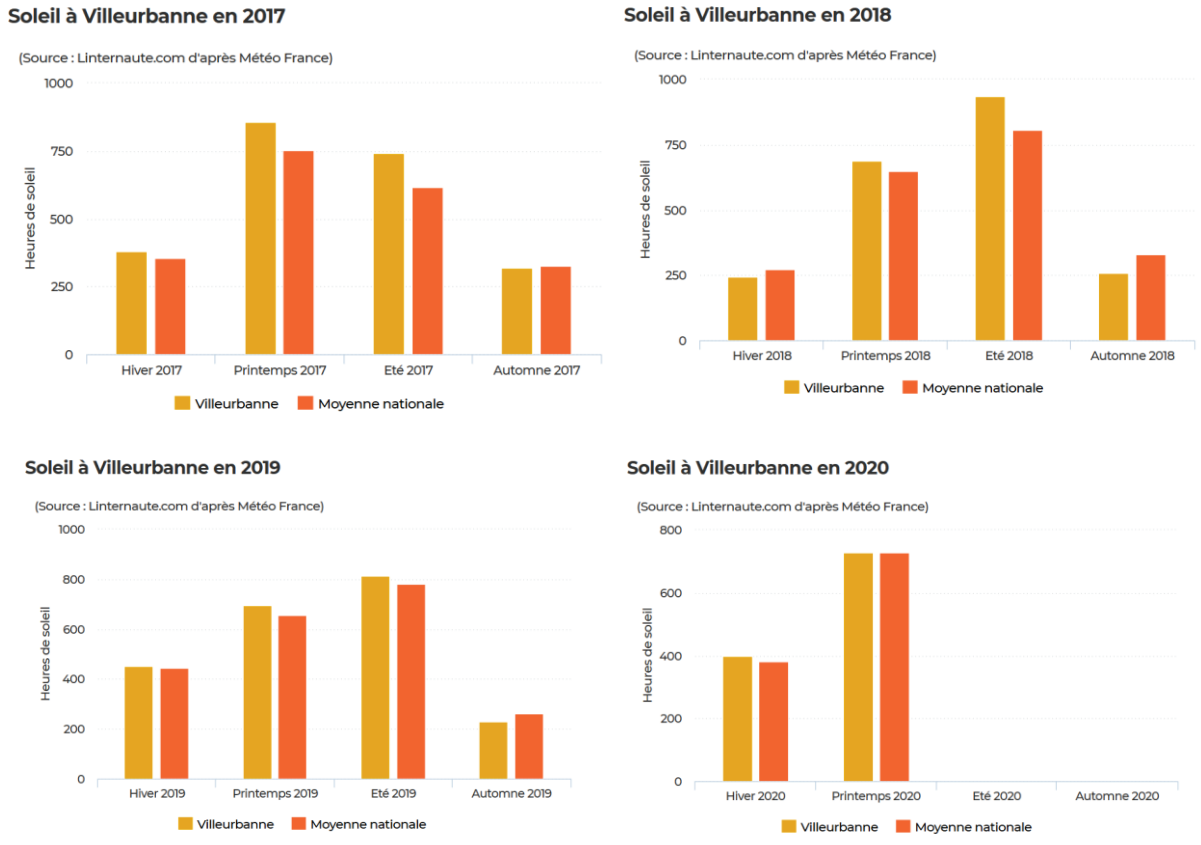


Figure 223- Données des heures d'ensoleillement de 2017 au juin 2020 pour la ville de Lyon