



**HAL**  
open science

# Développement et caractérisation d'un composite biosourcé instrumenté et recyclable

Sami Allagui

► **To cite this version:**

Sami Allagui. Développement et caractérisation d'un composite biosourcé instrumenté et recyclable. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Le Mans Université; Université de Sfax (Tunisie), 2021. Français. NNT : 2021LEMA1025 . tel-03656078

**HAL Id: tel-03656078**

**<https://theses.hal.science/tel-03656078>**

Submitted on 1 May 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.



# THESE DE DOCTORAT DE

LE MANS UNIVERSITE

Ecole Doctorale n° 602

*Sciences pour l'Ingénieur*

Spécialité : « *Acoustique/ Mécanique* »

Par

« **Sami ALLAGUI** »

« **Développement et caractérisation d'un composite biosource instrumenté et recyclable** »

Thèse présentée et soutenue à « **Le Mans Université** », le « **06/10/2021** »

Unité de recherche : **LAUM - Laboratoire d'Acoustique de l'Université du Maine**

Thèse N° : **2021LEMA1025**

## **Rapporteurs avant soutenance :**

M. Jean-François GANGHOFFER : Professeur des Universités, Georgia Tech-Lorraine

M. Chokri BOURAOU : Professeur de Universités, Ecole Nationale des Ingénieurs de Sousse ENISO

## **Composition du Jury :**

Mme. Catherine GARDIN : Professeur des Universités, Université de Poitiers-ISAIE ENSMA

M. Riadh ELLEUCH : Professeur des Universités, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax ENIS

M. Ali AKROUT : Professeur des Universités, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Tunis ENIT

Dir. de thèse : M. Abderrahim EL MAHI : Professeur des Universités, Le Mans Université

M. Anas BOUGUECHA : Professeur des Universités, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Gafsa ENIGA

Co-dir. de thèse : M. Jean-Luc REBIERE, Maître des conférences, Le Mans Université

République Tunisienne

Ministère de l'Enseignement Supérieur,  
et de la recherche scientifique

Université de Sfax

École Nationale d'Ingénieurs de Sfax



*Ecole Doctorale Sciences et  
Technologies*

Thèse de *DOCTORAT*

*Génie Mécanique*

N° d'ordre : 89-2020

# THESE

*Présentée à*

**L'École Nationale d'Ingénieurs de Sfax**

*En vue de l'obtention du*

**DOCTORAT**

*Génie Mécanique*

*Par*

**Sami ALLAGUI**

---

## Développement et caractérisation d'un composite biosource instrumenté et recyclable

---

*Soutenu le 06/10/2021, devant le jury composé de :*

<b>M. Jean-François GANGHOFFER</b> : Professeur des Universités, Georgia Tech-Lorraine	Rapporteur
<b>M. Chokri BOURAOUI</b> : Professeur de Universités, Ecole Nationale des Ingénieurs de Sousse ENISO	Rapporteur
<b>Mme. Catherine GARDIN</b> : Professeur des Universités, Université de Poitiers-ISAIE ENSMA	
<b>M. Riadh ELLEUCH</b> : Professeur des Universités, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax ENIS	
<b>M. Ali AKROUT</b> : Professeur des Universités, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Tunis ENIT	
<b>M. Abderrahim EL MAHI</b> : Professeur des Universités, Le Mans Université	Directeur de thèse
<b>M. Anas BOUGUECHA</b> : Professeur des Universités, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Gafsa ENIGA	Directeur de thèse
<b>M. Jean-Luc REBIERE</b> : Maître des conférences, Le Mans Université	Co-directeur de thèse

Le Mans Université

LAUM - Laboratoire d'Acoustique de  
l'Université du Mans

Université de Sfax

LA2MP- Laboratoire de recherche de  
Mécanique, Modélisation et Production

# THESE DE DOCTORAT

*En vue de l'obtention du grade de*

DOCTEUR DE LE MANS UNIVERSITE ET DE L'UNIVERSITE DU SFAX

*Discipline : Mécanique et Acoustique*

*Présentée et soutenue*

*Par*

## ALLAGUI Sami

*Le 06 /10 /2021*

---

*DEVELOPPEMENT ET CARACTERISATION D'UN*

*COMPOSITE BIOSOURCE INSTRUMENTE ET RECYCLABLE*

---

**Rapporteurs avant soutenance :**

M. Jean-François GANGHOFFER : Professeur des Universités, Georgia Tech-Lorraine

M. Chokri BOURAOU : Professeur de Universités, Ecole Nationale des Ingénieurs de Sousse ENISO

**Composition du Jury :**

Mme. Catherine GARDIN : Professeur des Universités, Université de Poitiers-ISAIE ENSMA

M.Riadh ELLEUCH : Professeur des Universités, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax ENIS

M. Ali AKROUT : Professeur des Universités, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Tunis ENIT

**Dir. de thèse :**

M. Abderrahim EL MAHI : Professeur des Universités, Le Mans Université

M. Anas BOUGUECHA : Professeur des Universités, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Gafsa ENIGA

**Co-dir. de thèse :**

M. Jean-Luc REBIERE, Maître des conférences, Le Mans Université

# REMERCIEMENTS

*Ce travail de thèse a été effectué dans le cadre d'une collaboration de cotutelle entre le Laboratoire de Mécanique, Modélisation et Productique « LA2MP » de l'Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax (Tunisie) et le Laboratoire d'Acoustique de l'Université du Mans « LAUM » (France). Cette thèse est l'aboutissement d'un long cheminement au cours duquel j'ai bénéficié de l'encadrement, des encouragements et du soutien de plusieurs personnes, à qui je tiens à dire profondément et sincèrement merci.*

*Tout d'abord, Je tiens à remercier vivement mes directeurs de thèse côtés Français, Monsieur **Abderrahim EL MAHI** et Monsieur **Jean-Luc REBIERE**, pour leurs soutiens, leurs disponibilités durant ces trois années ainsi que pour leurs précieux conseils qui ont permis de mener à bien ce travail.*

*Je tiens à exprimer également ma reconnaissance et ma profonde gratitude à mon directeur de thèse coté Tunisien Monsieur **Anas BOUGUECHA** son aide, sa collaboration ainsi que ses conseils avisés.*

*J'adresse mes remerciements également aux directeurs de laboratoire Monsieur **Mohamed Haddar** et Monsieur **Pierrick Lotton**, pour avoir facilité tous démarches administratifs et financiers de la thèse.*

*Par la suite, je remercie Madame /Monsieur [.....] pour avoir eu l'amabilité de présider ce jury. De même, je remercie Monsieur **Jean-François GANGHOFFER** et Monsieur **Chokri BOURAOU** pour avoir accepté de rapporter ce travail. Je tiens également mes remerciements aux Madame **Catherine GARDIN**, Monsieur **Riadh ELLEUCH** et Monsieur **Ali AKROUT**, membres de jury, pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail en acceptant de l'examiner.*

*Un grand merci à Madame **Isabelle GIMINES** membre du Centre de Transfert de Technologie du Mans pour son aide à la réalisation des observations microscopique en utilisant un Microscope Electronique à Balayage (MEB) au CTTM. Je remercie aussi chaleureusement les techniciens du département GMP à l'IUT du Mans pour avoir supporté les activités du laboratoire composite au sein de l'atelier, ainsi que pour tous les travaux, dépannages et conseils qu'ils ont pu apporter. Je tiens à remercier également tous mes amis du Laboratoire LA2MP et ceux du laboratoire LAUM.*

*Mes pensées s'adressent aussi tout naturellement à ma famille. Je remercie vivement mes parents **Saida** et **Maaouia**, mes sœurs, mes frères, et tous les autres membres de ma famille pour leur soutien indéfectible et leurs encouragements, sans quoi ce travail n'aurait pu voir le jour. Votre présence est parmi les piliers fondateurs de ce que je suis maintenant.*

# RESUME

Depuis plusieurs décennies, les matériaux composites à constituants naturels ont suscité beaucoup d'intérêts dans de nombreux secteurs industriels. Ces matériaux sont largement utilisés pour la fabrication de pièces dans le domaine du transport, de l'aérospatial, du bâtiment, ainsi que dans les sports et les loisirs. Les raisons d'un tel succès sont attribuées à la possibilité d'être recyclables en fin de vie, leur bonne résistance à la fatigue et surtout leur légèreté. Malgré ces multiples avantages, ils sont tout de même sujets à de nombreux mécanismes d'endommagements. Certains modes de dégradation de ces matériaux sont internes et non décelables par un contrôle visuel de la surface. Ils peuvent toutefois sévèrement dégrader la performance structurale. Par conséquent, la mise en œuvre d'une stratégie de maintenance prédictive par l'intégration de capteurs au sein des biocomposites, dès la fabrication, présente un intérêt majeur. Cela permet de fabriquer des structures intelligentes biosourcées pour le contrôle de santé intégré des structures appelées encore systèmes **SHM** (**S**tructural **H**ealth **M**onitoring).

Dans ce contexte, cette thèse s'intéresse à l'étude d'un biocomposite élaboré à partir de fibres de lin associées à une résine thermoplastique «Elium» et instrumenté en volume par des capteurs piézoélectriques intégrés. Tout d'abord, l'effet de l'implant piézoélectrique sur les propriétés mécaniques obtenues par des essais en statique, en fatigue et en vibration est analysé. Ensuite, une étude des mécanismes d'endommagement des matériaux instrumentés et non instrumentés est effectuée à l'aide de la technique d'**E**mission **A**coustique (**EA**). Elle a montré que les matériaux avec capteurs intégrés sont plus sensibles à l'émission acoustique, améliorant ainsi l'identification des mécanismes d'endommagement et le contrôle de santé intégré des matériaux biocomposites. Par la suite, une attention particulière est portée sur le recyclage des constituants du biocomposite instrumenté. D'une part, un procédé de récupération et de séparation des capteurs piézoélectriques du biocomposite en fin de cycle de vie est développé. Les capteurs récupérés sont par la suite implantés une deuxième fois dans d'autres composites afin de comparer les signaux d'**EA** avant et après le process de récupération. D'autre part, un procédé de recyclage par thermocompression est développé pour la valorisation des déchets biocomposites. Une fois les paramètres de ce procédé optimisés, cinq opérations de recyclage ont été appliquées à la résine Elium toute seule et au biocomposite lin/Elium. Des essais de traction en statique et en fatigue suivis par la technique d'émission acoustique ainsi que des essais de vibrations sont effectués sur l'ensemble des matériaux recyclés. Les résultats obtenus ont permis de déduire l'effet de plusieurs opérations de recyclage sur les propriétés mécaniques de ces matériaux (résistance, déformation et rigidité). Ensuite, les mécanismes d'endommagement des matériaux recyclés et non recyclés sont identifiés et caractérisés en utilisant une analyse multiparamétrique des signaux collectés. Ainsi, la dynamique de chaque mécanisme est suivie jusqu'à la rupture permettant de discriminer ceux les plus critiques conduisant à la rupture de ces matériaux. Finalement, une modélisation par éléments finis du problème dynamique est proposée. Les résultats obtenus par éléments finis sont alors comparés aux résultats expérimentaux et l'effet de plusieurs opérations de recyclage sur les propriétés dynamiques est discuté.

# TABLE DES MATIERES

LISTE DES FIGURES .....	vii
LISTE DES TABLEAUX.....	xii
INTRODUCTION GÉNÉRALE.....	1
<b>CHAPITRE 1 : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE.....</b>	<b>5</b>
1.1. Préambule .....	7
1.1.1. Généralité et exemple de matériaux composites.....	7
1.1.2. Matériaux éco-composites recyclables.....	9
1.1.3. Définition de la méthode SHM (Structural Health Monitoring) .....	11
1.1.4. Les renforts .....	13
1.1.5. La matrice.....	15
1.1.5.1. La résine thermodurcissable.....	15
1.1.5.2. La résine thermoplastique.....	15
1.1.6. Architecture des matériaux composites.....	17
1.2. Étude des mécanismes d'endommagement des matériaux composites .....	18
1.2.1. Principaux endommagements dans les composites stratifiés .....	18
1.2.2. Identification des mécanismes d'endommagement par Émission Acoustique classique .....	20
1.2.2.1. Définition de la méthode d'Émission Acoustique (EA) .....	20
1.2.2.2. Paramètres caractéristiques des signaux d'EA .....	22
1.2.2.3. Méthode d'identification de la signature acoustique dans les matériaux composites ..	24
1.2.3. Identification des mécanismes d'endommagement par Émission Acoustique intégrée .....	27
1.2.3.1. Principaux capteurs utilisés dans la méthode de SHM.....	27
1.2.3.2. Présentation de la technique de l'implant piézoélectrique.....	31
1.3. État de l'art sur le recyclage .....	35
1.3.1. Contraintes de recyclage .....	35
1.3.2. Différentes technologies de recyclage .....	36
1.3.2.1. Procédés mécaniques .....	38
1.3.2.2. Procédés thermiques .....	39
1.3.2.3. Procédés chimiques : Dépolymérisation par Solvolyse .....	40
1.3.3. Recyclage des matériaux biocomposites thermoplastiques.....	42
1.3.4. Recyclage par thermocompression .....	45
1.4. Conclusions.....	48
<b>CHAPITRE 2. MATÉRIAUX ET PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES .....</b>	<b>50</b>
2.1. Sélection des constituants.....	52
2.1.1. Critères de sélection.....	52
2.1.2. Choix des constituants .....	52



2.1.2.1.	Choix des fibres .....	52
2.1.2.2.	Choix de la matrice .....	55
2.1.2.3.	Choix du capteur d'émission acoustique.....	56
2.2.	Procédés de mise en œuvre.....	57
2.2.1.	Mise en œuvre des composites intelligents par LRI .....	57
2.2.2.	Procédés de recyclage de déchets composites.....	60
2.3.	Protocoles expérimentaux .....	62
2.3.1.	Essais de traction statique .....	62
2.3.2.	Essais de traction en fatigue .....	63
2.3.2.1.	Essais de fatigue par contrôle de force.....	64
2.3.2.2.	Essais de fatigue par contrôle de déplacement.....	65
2.3.2.3.	Calcul de l'amortissement en fatigue .....	65
2.3.3.	Analyse des mécanismes d'endommagements par la technique d'EA .....	66
2.3.4.	Essais de vibration .....	70
2.3.4.1.	Protocole expérimental .....	70
2.3.4.2.	Calcul des propriétés dynamiques par la méthode de la bande passante à -3dB .....	71
2.3.4.3.	Analyse par élément finis du comportement dynamique des composites recyclés.....	72
2.3.4.3.1.	Présentation du modèle éléments finis .....	72
2.3.4.3.2.	Calcul des fréquences propres.....	73
2.3.4.3.3.	Détermination du facteur de perte par une approche énergétique .....	73
2.4.	Conclusions.....	75
<b>CHAPITRE 3. CONTRÔLE DE SANTÉ INTEGRÉ DES COMPOSITES .....</b>		<b>76</b>
3.1.	Introduction.....	78
3.2.	Comportement en traction statique des composites intelligents .....	78
3.3.	Comportement en traction en fatigue des composites intelligents.....	80
3.3.1.	Évolution des propriétés mécaniques.....	80
3.3.2.	Amortissement en fatigue.....	81
3.3.2.1.	Cycle d'hystérésis.....	81
3.3.2.2.	Facteur d'amortissement.....	82
3.3.3.	Durée de vie .....	83
3.4.	Étude des mécanismes d'endommagement.....	87
3.4.1.	Observation des faciès de rupture .....	87
3.4.2.	Identification et suivi des mécanismes d'endommagement par émission acoustique .....	89
3.4.2.1.	Suivi des essais de traction statique par EA.....	89
3.4.2.2.	Suivi des essais de traction en fatigue par EA .....	95
3.5.	Comportement vibratoire des composites .....	97
3.5.1.	Comportement vibratoire des composites biosourcés : revue de la littérature .....	98
3.5.2.	Effet de l'intégration des capteurs sur le comportement vibratoire.....	99
3.5.3.	Effet de la position du capteur sur le comportement vibratoire .....	101
3.6.	Récupération des capteurs en fin de cycle de vie.....	103

3.7. Conclusions.....	106
<b>CHAPITRE 4. RECYCLAGE DES DECHETS COMPOSITES PAR THERMOCOMPRESSIION .....</b>	<b>107</b>
4.1. Introduction.....	109
4.2. Évolution de la masse volumique en fonction du nombre de recyclage .....	109
4.3. Comportement mécanique en traction statique des matériaux recyclés.....	112
4.3.1. Résine Elium recyclée .....	112
4.3.2. Composites Lin/Elium recyclés.....	115
4.4. Étude des mécanismes d'endommagement en traction statique.....	119
4.4.1. Analyse microscopique.....	119
4.4.1.1. Résine Elium recyclée .....	119
4.4.1.2. Composites lin/Elium recyclés.....	121
4.4.2. Analyse par émission acoustique (EA).....	123
4.4.2.1. Résine Elium recyclée .....	123
4.4.2.2. Composites lin/Elium recyclés.....	124
4.5. Comportement mécanique en fatigue des matériaux recyclés .....	129
4.5.1. Propriétés mécaniques.....	129
4.5.2. Amortissement en fatigue.....	131
4.5.3. Étude par EA des mécanismes d'endommagement en fatigue.....	134
4.6. Comportement vibratoire des matériaux recyclés et non recyclés .....	136
4.6.1. Effet du recyclage sur le comportement vibratoire de la résine Elium.....	137
4.6.2. Effet du recyclage sur le comportement vibratoire du composite lin/Elium .....	139
4.7. Analyse par éléments finis du comportement vibratoire des composites recyclés .....	142
4.8. Discussions .....	146
4.9. Conclusion.....	149
<b>CONCLUSIONS GENERALES ET PERSPECTIVES.....</b>	<b>152</b>
<b>BIBLIOGRAPHIE .....</b>	<b>156</b>

# LISTE DES FIGURES

Figure 1. 1. Exemples de résines thermoplastiques pétro ou biosourcés selon Faruk et al. [34] .....	16
Figure 1. 2. Architectures courantes des matériaux composites : a) composite chargé, b) composite à fibres courtes, c) composite stratifié à plis unidirectionnels et d) composite à structure sandwich .....	17
Figure 1. 3. Principaux mécanismes d'endommagements rencontrés dans un matériau composite stratifié .....	18
Figure 1.4. Dispositif expérimental de l'émission acoustique .....	21
Figure 1. 5. Présentation schématique d'une salve d'émission acoustique et ses principaux paramètres. ....	22
Figure 1. 6. Capteur piézocéramique intégré dans le composite thermoplastique renforcé par de fibres de carbone. Elspass et al [94] .....	32
Figure 1. 7. Capteur piézocéramique intégré dans un stratifié verre/époxy. Hagood et al [95] .....	32
Figure 1. 8. Intégration d'un élément piézocéramique de forme cylindrique dans un composite stratifié époxy/fibre de verre; Mall et Coleman [101] .....	33
Figure 1. 9. Intégration d'un capteur piézocéramique sans découpe Bourasseau et al. [98] .....	34
Figure 1. 10. Évolution du nombre des publications dans le domaine du recyclage des composites [108] .....	37
Figure 1. 11. Procédés de recyclage et de valorisation des matériaux composites [107] .....	37
Figure 2. 1. Carte de sélection des fibres de renfort « diagramme d'Ashby » .....	53
Figure 2. 2. Structure d'une fibre végétale [161,162].....	54
Figure 2. 3. Rouleau de fibres « FlaxTape200 » .....	54
Figure 2. 4. Capteur piézoélectrique : a) dimension des capteurs utilisés et b) position de capteur dans le composite stratifié UD à 0° .....	58
Figure 2. 5. Procédé d'infusion de résine liquide (LRI) pour la mise en œuvre des composites stratifiés UD et intégrés par des capteurs piézoélectriques.....	59
Figure 2. 6. Différentes phases d'infusion (avancement de la résine) .....	59
Figure 2. 7. Éprouvette avec un capteur piézoélectrique intégré .....	60
Figure 2. 8. Procédé de recyclage par thermocompression .....	60
Figure 2. 9. Synoptique du procédé de recyclage.....	61

Figure 2.10. Cycle de thermocompression.....	62
Figure 2. 11. Dispositif expérimental d'un essai de traction effectué sur une éprouvette de résine recyclée.....	63
Figure 2. 12. Profile de chargement pour un essai de fatigue.....	64
Figure 2. 13. Représentation d'un cycle d'hystérésis .....	65
Figure 2. 14. Dispositif de l'Émission Acoustique associé aux essais de traction des éprouvettes sans capteur intégré .....	67
Figure 2. 15. Chaîne d'acquisition des signaux d'émission acoustique au cours d'un essai de traction d'une éprouvette instrumentée par capteur intégré .....	68
Figure 2. 16. Recherche du nombre de classes minimisant le critère du coefficient $R_{ij}$ .....	69
Figure 2. 17. Forme d'onde typique d'une salve acoustique et principaux paramètres calculés par le système d'acquisition [176] .....	70
Figure 2. 18. Dispositif expérimental d'analyse modale .....	71
Figure 2.19. a) Réponse en fréquence (FRF) obtenue expérimentalement d'une éprouvette en configuration encastrée/libre et b) Méthode de la bande passante à -3 dB .....	72
Figure 2. 20. Illustration schématique de la structure maillée avec les conditions aux limites.....	73
Figure 3. 1. Courbes contraintes/déformation : a) éprouvettes non instrumentées (NI), b) éprouvette instrumentée avec le petit capteur (PC), c) éprouvette instrumentée avec le grand capteur (GC) et d) effet de l'intégration des capteurs sur le comportement en statique.....	79
Figure 3. 2. Evolution de la rigidité en fonction du nombre de cycles au cours des essais de traction en fatigue pour les trois types d'éprouvettes NI, PC et GC.....	81
Figure 3.3. Evolution du cycle d'hystérésis pour une éprouvette PC avec un niveau de chargement de 90% .....	82
Figure 3.4. Evolution de l'énergie dissipée des éprouvettes NI, PC et GC en fonction du nombre de cycles (N) pour un niveau de chargement de 90%.....	83
Figure 3. 5. Evolution de l'amortissement des éprouvettes NI, PC et GC en fonction de nombre des cycles (N) pour un niveau de chargement de 90%.....	83
Figure 3.6. Courbes représentatives de l'évolution du déplacement $d_{0max}/d_{max}$ en fonction du nombre de cycles pour différents niveaux de chargement $r$ : a) éprouvettes NI et b) éprouvettes PC .....	85
Figure 3.7. Courbes de Wöhler des composites NI et PC : a) $N_{10}$ , b) $N_{15}$ et c) $N_{20}$ .....	87
Figure 3. 8. Rupture des éprouvettes NI et PC .....	88
Figure 3.9. Photo de la section transversale autour du petit capteur .....	88

Figure 3.10. Visualisation par ACP de la classification obtenue par la méthode des k-moyennes pour les composites Lin/Elium testés en traction statique : a) éprouvette avec capteur collé (NI) et b) éprouvette avec petit capteur intégré (PC) .....	90
Figure 3.11. Distribution de l'amplitude des signaux en fonction du temps au cours des essais de traction en statique pour les composites Lin/Elium : a) éprouvette avec capteur collé (NI) et b) éprouvette avec petit capteur intégré (PC) .....	90
Figure 3.12. Chronologie d'apparition des mécanismes d'endommagement au cours des essais de traction en statique des composites : a) éprouvette non instrumentée (NI) et b) éprouvette instrumentée avec le petit capteur (PC) .....	91
Figure 3.13. Caractéristiques moyennes des quatre classes acoustiques détectées des éprouvettes NI et PC .....	92
Figure 3. 14. Distributions des propriétés des quatre classes d'EA : a) Amplitude, b) Energie absolue, c) Temps de montée, d) Nombre de coups au pic et e) Durée. ....	93
Figure 3.15. Formes d'ondes typiques de chaque mécanisme d'endommagement détecté par capteur intégré dans le composite PC : a) Classe A : fissuration matricielle, b) Classe B : décohésion fibre/matrice, c) Classe C : déchaussement des fibres et d) Classe D : rupture de fibre. ....	95
Figure 3. 16. Distribution de l'amplitude des classes des événements acoustiques détectées au cours des essais du fatigue des composites lin/Elium sans et avec capteur intégré : a) éprouvette NI et b) éprouvette PC.....	96
Figure 3.17. Chronologie d'apparition et évolution des classes acoustiques détectées durant les essais de fatigue des composites lin/Elium : a) sans capteur intégré (NI) et b) avec capteur intégré (PC). ....	97
Figure 3.18. Propriétés dynamiques du biocomposite avec et sans capteur intégré: a) facteur de perte et b) module de Young .....	100
Figure 3. 19. Evolution des fréquences propres des quatre premiers modes en fonction de la position du capteur.....	101
Figure 3. 20. Position du capteur $L_c$ par rapport à la longueur libre de l'éprouvette $L_0$ ...	101
Figure 3.21. Evolution du facteur de perte en fonction de la position spécifique du capteur.....	102
Figure 3.22. Evolution du module de Young en fonction de la position spécifique du capteur.....	102
Figure 3. 23. Récupération (recyclage) du capteur piézoélectrique. ....	103
Figure 3.24. Résultats de la classification des signaux d'EA détectés des composites lin/Elium instrumentés par capteur récupéré $PC_R$ : a) distribution d'amplitude des événements en fonction du temps et b) chronologie d'apparition et évolution des classes acoustiques .....	104
Figure 3.25. Comparaison des caractéristiques moyennes des quatre classes acoustiques détectées dans les éprouvettes PC et $PC_R$ .....	105
Figure 4.1. Evolution de la masse volumique en fonction du nombre de recyclages : a) résine Elium et b) composite lin/Elium .....	110
Figure 4.2. Structure d'un polymère semi cristallin. ....	111

Figure 4.3. Différence d'opacité entre le début et la fin du recyclage :	
a) éprouvette ER <sub>1</sub> et b) éprouvette ER <sub>5</sub> .....	112
Figure 4.4. Effet du nombre de recyclages sur les courbes contrainte/déformation de la résine Elium .....	113
Figure 4.5. Effet du recyclage sur les propriétés mécaniques en statique de la résine Elium : a) module de Young, b) contrainte à la rupture et c) déformation à la rupture .....	114
Figure 4.6-Courbes contrainte/déformation en traction des composites recyclés et non recyclés : a) CR <sub>0</sub> , b) CR <sub>1</sub> , c) CR <sub>2</sub> , d) CR <sub>3</sub> , e) CR <sub>4</sub> et f) CR <sub>5</sub> .....	116
Figure 4.7. Effet du nombre de cycles de recyclage sur les courbes contrainte/déformation du composite lin/Elium .....	117
Figure 4.8. Effet du nombre de recyclage sur les propriétés mécaniques du composite lin/Elium : a) module d'Young, b) contrainte à la rupture et c) déformation à la rupture .....	118
Figure 4.9. Observations au MEB des faciès de rupture des éprouvettes de la résine recyclées : a) ER <sub>1</sub> , b) ER <sub>2</sub> , c) ER <sub>3</sub> , d) ER <sub>4</sub> et e) ER <sub>5</sub> .....	120
Figure 4.10. Observations au MEB des faciès de ruptures des éprouvettes du composite lin/Elium recyclé et non recyclé :	
a) CR <sub>0</sub> , b) CR <sub>1</sub> , c) CR <sub>2</sub> , d) CR <sub>3</sub> , e) CR <sub>4</sub> et f) CR <sub>5</sub> .....	122
Figure 4.11. Résultats de la classification des signaux d'EA détectés dans la résine Elium recyclée : a) distribution d'amplitude des évènements en fonction du temps et b) chronologie d'apparition et évolution des classes acoustiques	124
Figure 4. 12. Résultats de classification des signaux d'EA détectés du composite lin/Elium recyclé : a) distribution d'amplitude des évènements b) chronologie d'apparition et c) énergie absolue .....	126
Figure 4.13. Caractéristiques moyennes des classes acoustiques du composite lin/Elium recyclé et non recyclé .....	127
Figure 4.14. Distributions des propriétés des classes d'EA du composite recyclé et non recyclé : a) Amplitude, b) Energie absolue, c) Temps de montée, d) Nombre de coups au pic et d) Durée. ....	128
Figure 4.15. Evolution du rapport $F_{max}/F_{max0}$ en fonction du nombre de cycles .....	130
Figure 4.16. Cycles d'hystérésis dans le matériau (CR <sub>1</sub> ) .....	132
Figure 4.17. Evolution de l'amortissement en fonction du nombre de cycles .....	132
Figure 4.18. Evolution de l'amortissement en fonction du nombre d'opérations de recyclage pour différents cycles de fatigue .....	133
Figure 4.19. Classification des signaux d'EA des composites lin/Elium recyclés en essais de fatigue : a) distribution de l'amplitude des évènements et b) chronologie d'apparition de chaque classe .....	135
Figure 4.20. Comparaison des propriétés dynamiques de la résine Elium recyclée ER <sub>1</sub> , non recyclés ER <sub>0</sub> et la résine le GreenPoxy56 [41] : a) facteur de perte et b) Module d'Young .....	137

Figure 4.21. Effet de cinq opérations de recyclage sur les propriétés dynamiques de la résine Elium: a) facteur de perte et b) module d'Young.....	138
Figure 4.22. Propriétés dynamiques du composite recyclé une seule fois CR <sub>1</sub> : a) facteur de perte et b) module de Young .....	139
Figure 4.23. Comparaison des propriétés dynamiques du composite recyclé CR <sub>1</sub> , du composite non recyclé CR <sub>0</sub> et du composite croisé [+45/-45] <sub>s</sub> : a) facteur de perte et b) module de Young.....	141
Figure 4. 24. Effet des cinq opérations de recyclage sur les propriétés dynamiques du composite lin/ Elium : a) facteur de perte et b) module de Young.....	141
Figure 4. 25. Déformées modales des 6 premiers modes propres du composite non recyclé .....	143
Figure 4.26. Évolution de la fraction de l'énergie élastique dans les différentes directions du composite CR <sub>1</sub> .....	144
Figure 4.27. Évolution du facteur de perte en fonction de la fréquence des composites recyclés, comparaison entre valeurs expérimentales et numériques : a) CR <sub>1</sub> , b) CR <sub>2</sub> , c) CR <sub>3</sub> , d) CR <sub>4</sub> et e) CR <sub>5</sub> .....	145
Figure 4.28.Variation du facteur de perte en fonction du nombre de cycles de recyclage pour les premiers modes de vibration. Comparaison entre résultats expérimentaux et modélisation : a) résine Elium et b) composite lin/Elium .....	146
Figure 4.29. Formes d'ondes typiques de chaque mécanisme d'endommagement : a) Classe A : fissuration matricielle, b) Classe B : décohésion interfaciale et c) Classe C : endommagements des fibres. ....	148

# LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1. 1. Exemples de matériaux composites [2] .....	9
Tableau 1. 2. Comparaison entre le CND classique et contrôle de la santé intégré (SHM) .....	12
Tableau 1. 3. Comparaison de paramètres écologiques entre les fibres de verre et les fibres naturelles [15]. .....	14
Tableau 1. 4. Propriétés des fibres naturelles et celles des fibres de verre [9]. .....	14
Tableau 1. 5. Paramètres d'identification des signaux d'émission acoustique [50] .....	24
Tableau 1. 6. Propriétés acoustiques des principaux mécanismes d'endommagement survenant dans les éco-composites.....	27
Tableau 1. 7. Effet du recyclage sur les propriétés mécaniques des composites thermoplastiques biosourcés, analyse bibliographique.....	44
Tableau 1. 8. Paramètres de mise en œuvre par thermocompression d'éco-composites : résumé de quelques études bibliographiques .....	46
Tableau 2. 1. Propriétés principales des fibres de lin [21, ] .....	54
Tableau 2. 2. Comparaison des principales propriétés mécaniques de la résine Elixir et d'autres résines [166] .....	55
Tableau 2. 3. Principales caractéristiques du capteur PIC 255 [167] .....	56
Tableau 2. 4. Matériaux d'études.....	61
Tableau 3. 1. Propriétés mécaniques des différents types d'éprouvettes étudiées (NI, PC et GC) .....	80
Tableau 3.2. Coefficients A et B pour différents critères de durée de vie N10, N15 et N20 .....	87
Tableau 4.1. Propriétés mécaniques de la résine Elixir recyclée et non recyclée. ....	113
Tableau 4.2. Propriétés mécaniques des composites lin/Elixir recyclés et non recyclés ...	118
Tableau 4.3. Effet du recyclage sur les durées de vie N20 et Nr.....	131
Tableau 4.4. Valeurs du module de Young en GPa des résines recyclées pour les huit premiers modes de vibration .....	139
Tableau 4. 5- Valeurs du module de Young en GPa des composites recyclés pour les huit premiers modes de vibration .....	142



# INTRODUCTION GÉNÉRALE

Les matériaux biocomposites, définis comme des produits constitués des éléments biosourcés (fibre et matrice), se distinguent des autres composites synthétiques par des caractéristiques qui leur permettent, avec d'excellentes propriétés mécaniques et un faible poids, de se substituer à des pièces fabriquées actuellement en fibre de verre. Aujourd'hui, le marché des matériaux biocomposites est en développement croissant. Plusieurs secteurs d'activité intègrent ces nouveaux matériaux dans la conception de leurs produits : le transport (routier, maritime et aérien), génie civil (construction, bâtiments, isolation), le médical, le sport et loisirs, etc.... Les matériaux biocomposites sont des nouvelles sources d'innovation récentes qui offrent de nouvelles opportunités de croissance pour l'industrie.

L'industrie est confrontée à deux aspects environnementaux importants. Le premier correspond à l'allègement des structures, principalement pour le secteur du transport, à savoir dans l'automobile et dans la structure aéronautique. L'utilisation de matériaux composites à base des fibres végétales permettent la fabrication des véhicules plus légers, et donc moins consommateur de carburant et présentant moins d'émission de CO<sub>2</sub>. Le second concerne le recyclage des matières plastiques thermodurcissables. L'industrie utilise principalement des matrices thermodurcissables pour la fabrication des structures composites. Une fois mises en forme, elles ne peuvent plus être transformées, la seule solution de recyclage est de les broyer. Aujourd'hui, l'industrie des matériaux composites cherche à intégrer des résines recyclables afin d'améliorer la fin de vie de ses produits. Les composites à matrice thermoplastique constituent une alternative aux matériaux thermodurcissable. Ces matériaux présentent la propriété de pouvoir être transformée et recyclée en fin de vie. Depuis de nombreuses années, les industriels et les laboratoires de recherches réalisent des travaux visant à incorporer des fibres végétales (lin, chanvre, bois, coton, etc...) dans des matériaux thermoplastiques. Ces travaux répondent au souci de préserver l'environnement tout en limitant l'utilisation de matières synthétiques. Les composites thermoplastiques à fibres végétales ont montré des propriétés mécaniques spécifiques très proches de celles des composites renforcés de fibres synthétiques (verre). Ces matériaux sont déjà industrialisés et commercialisés. Aujourd'hui, on trouve ces composites dans les pièces d'habillage intérieures d'automobiles, planchers de terrasses, les meubles de jardin, les bardages

extérieurs, les plinthes et huisseries. Parmi les différentes sources végétales étudiées, le lin est particulièrement performant en raison des propriétés mécaniques de ses fibres longues. De plus, ces fibres ont de bonnes propriétés d'amortissement des vibrations et une excellente qualité d'isolation thermique et acoustique. Les fibres de lin sont de plus en plus utilisées dans des applications d'ingénierie du son qui mettent au point des enceintes ayant des membranes en composite thermoplastique de lin. La faible densité de ce composite permet d'accélérer l'onde sonore et donc d'améliorer la qualité du son. Les propriétés d'amortissement des composites à fibres de lin sont appréciées aussi par les fabricants de skis qui cherchent des matériaux permettant une glisse agréable et de bonnes performances.

De nombreuses questions se posent ici concernant le comportement mécanique, physique et chimique des composites thermoplastiques renforcés de fibres végétales. En effet, certaines problématiques liées à la compréhension de différents aspects de leurs propriétés mécaniques ainsi qu'à leur recyclabilité doivent être discutées.

Pendant leur cycle de vie, les matériaux composites, synthétiques ou biosourcés, subissent des agressions conduisant à de multiples types d'endommagement : des défauts causés par le phénomène d'humidité, par les cycles de température, par la fatigue mécanique ou par des sollicitations d'impacts. Dans ce contexte, afin de quantifier et d'identifier l'endommagement des matériaux composites, les techniques de contrôle non destructif (CND) sont largement utilisées. Cependant, le coût moyen associé à l'inspection du CND effectuée pendant le cycle de vie d'une structure composite, ne cesse d'augmenter et devient de plus en plus important par rapport au coût total de la structure elle-même. Par exemple, la demande mondiale de réparation aéronautique a augmenté à cause de la multiplication du trafic aérien qui a doublé ces dernières années. En 2017, le trafic aérien a franchi la barre des quatre milliards de passagers transportés par année. Pour répondre à cette demande croissante, la quantité d'avions devrait énormément augmenter, afin d'atteindre approximativement 45000 appareils en 2035, comparés aux 26000 appareils commerciaux actuellement mis en place [1]. Selon l'IATA (International Air Transport Association) [1], le coût moyen de la maintenance est estimé à environ 1070\$ par heure de vol. Face à telles dépenses, les compagnies aériennes cherchent à réduire leurs coûts de maintenance. Pour y répondre, des stratégies et des solutions de maintenance prédictive ont été développées. Ces solutions se basent sur l'intégration de nombreux capteurs dans une structure permettant la collecte d'informations liées aux endommagements en temps réel. Ces capteurs sont combinés à des algorithmes de prédictions qui permettent ainsi d'avoir des structures intelligentes et d'envisager un avenir très prometteur à l'inspection aéronautique. Cette stratégie est souvent connue par le nom de « *contrôle de santé in situ ou intégrée* ». Elle permet la surveillance des

endommagements dans les structures composites lors de leur utilisation. Il existe de nombreuses techniques de contrôle de santé intégré telle que la méthode de contrôle par micro-ondes, fibres optiques, ultrasons ou par émission acoustique (EA). Aujourd'hui, les travaux de recherches s'orientent vers l'étude des matériaux et des structures intelligents qui représentent des technologies potentiellement innovantes. Ces matériaux peuvent répondre aux besoins de plusieurs applications industrielles, tels que le génie civil et le transport. Pour fabriquer des structures mécaniques intelligentes incorporant de matériaux fonctionnels (actifs ou passifs), de nouveaux outils scientifiques et technologiques sont maintenant étudiés et mis en place. Parmi les matériaux fonctionnels les plus utilisés, on cite les matériaux piézo-électriques et les fibres optiques. Cependant, l'intégration d'un dispositif au sein du matériau provoque évidemment des discontinuités géométriques conduisant ainsi à la réduction des performances mécaniques. Il est donc nécessaire d'étudier les effets de ces éléments intégrés sur la structure d'accueil.

L'objectif de la présente étude réside dans la conception, la fabrication et le recyclage d'un matériau composite biosourcé incorporant de nouveaux matériaux fonctionnels. L'intégration des capteurs au sein de ce composite donne la possibilité de développer une structure biosourcée intelligente dans le but de développer la surveillance de son état de santé (SHM). Le choix d'un matériau théoriquement recyclable donne la possibilité de séparation des capteurs du biocomposite, ce qui permet la réduction du coût de maintenance. Les travaux de recherche présentés dans cette thèse consistent à étudier le comportement mécanique global et d'identifier les principaux mécanismes d'endommagements. Des essais de traction en statique et en fatigue suivis par la technique d'émission acoustique classique et intégrée, des observations microscopiques et des essais de vibrations sont les principaux moyens utilisés dans cette étude.

Le premier chapitre de cette thèse présente une étude bibliographique permettant de présenter et de définir les constituants du matériau biocomposite instrumenté. Une synthèse des différents types de matrices, des renforts ainsi que le type du capteur est proposée. Ce chapitre présente aussi une revue de la littérature de la méthode de contrôle santé intégré. Le principe de la surveillance structurelle de santé (SHM), la technique d'émission acoustique ainsi qu'une illustration de l'état de l'art de la méthode de l'implant piézoélectrique sont également introduits dans cette partie.

Dans le deuxième chapitre, nous présentons la méthodologie de sélection des constituants du composite biosourcé instrumenté. Ainsi, une résine recyclable innovante, renforcée par des fibres de lin et instrumentée par des capteurs piézoélectriques est étudiée. De plus, ce chapitre rassemble les différentes méthodes de mise en œuvre employées pour la fabrication de la structure

composite intelligente et le recyclage des déchets composites. Une présentation détaillée des différentes procédures et méthodes expérimentales utilisées dans la présente thèse est aussi données dans ce chapitre.

Le troisième chapitre présente une étude détaillée de l'effet de l'implant piézoélectrique sur le comportement en statique, en fatigue et en vibration du biocomposite. Les échantillons étudiés sont constitués de fibres de lin et de résine thermoplastique Elium avec une séquence d'empilement du type  $[0]_8$ . Le capteur intégré dans le matériau est de type piézoélectrique nommé PIC 255. Dans ce chapitre, les résultats des essais de traction (statique et fatigue) et de vibration effectués sur des matériaux avec et sans capteur intégré sont présentés. De plus, une identification des principaux mécanismes d'endommagements par la technique d'émission acoustique (EA) dans les deux types de matériaux (avec et sans intégration) est présentée. Une méthode de recyclage et de séparation des implants piézoélectriques en fin de cycle de vie est aussi illustrée dans cette partie de thèse.

Dans le quatrième chapitre, un procédé de recyclage est développé permettant la valorisation des déchets du composite lin/Elium. L'effet de plusieurs opérations de recyclage sur le comportement en statique, en fatigue et en vibration du biocomposite est présenté. La technique d'émission acoustique a été aussi utilisée pour caractériser les mécanismes d'endommagements des matériaux (résine et composite) recyclés. Les résultats obtenus d'EA ont été associés à des observations microscopiques permettant d'identifier et suivre les différents mécanismes d'endommagement.

Enfin dans ce rapport de thèse, les divers résultats obtenus sont synthétisés dans la conclusion générale ce qui constitue le dernier chapitre de cette thèse. En fin, les perspectives de notre étude sont aussi représentées.

# CHAPITRE 1 : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

## Sommaire

1.1. Préambule.....	7
1.1.1. Généralité et exemple de matériaux composites.....	7
1.1.2. Matériaux éco-composites recyclables.....	9
1.1.3. Définition de la méthode SHM (Structural Health Monitoring) .....	11
1.1.4. Les renforts.....	13
1.1.5. La matrice.....	15
1.1.5.1. La résine thermodurcissable.....	15
1.1.5.2. La résine thermoplastique.....	15
1.1.6. Architecture des matériaux composites.....	17
1.2. Étude des mécanismes d'endommagement des matériaux composites.....	18
1.2.1. Principaux endommagements dans les composites stratifiés.....	18
1.2.2. Identification des mécanismes d'endommagement par Émission Acoustique classique ...	20
1.2.2.1. Définition de la méthode d'Emission Acoustique (EA).....	20
1.2.2.2. Paramètres caractéristiques des signaux d'EA.....	22
1.2.2.3. Méthode d'identification de la signature acoustique dans les matériaux composites	24
1.2.3. Identification des mécanismes d'endommagement par Émission Acoustique intégrée ....	27
1.2.3.1. Principaux capteurs utilisés dans la méthode de SHM.....	27
1.2.3.2. Présentation de la technique de l'implant piézoélectrique.....	31
1.3. État de l'art sur le recyclage .....	35
1.3.1. Contraintes de recyclage .....	35
1.3.2. Différentes technologies de recyclage .....	36
1.3.2.1. Procédés mécaniques .....	38
1.3.2.2. Procédés thermiques .....	39
1.3.2.3. Procédés chimiques : Dépolymérisation par Solvolyse .....	40
1.3.3. Recyclage des matériaux biocomposites thermoplastiques.....	42
1.3.4. Recyclage par thermocompression .....	45
1.4. Conclusions.....	48

## Résumé

Ce chapitre présente les éléments bibliographiques nécessaires à la caractérisation d'un composite biosourcé instrumenté et recyclable. La première partie est consacrée à une présentation rapide des notions relatives aux matériaux éocomposites recyclables suivie par des généralités sur la méthode de surveillance structurelle de l'état de santé. Par la suite, les différents types de renforts ainsi que les différentes matrices exploitées sont introduites. Les différentes architectures des matériaux composites sont également présentées à la fin de cette partie. Dans la deuxième partie, une description détaillée des méthodes de détection des mécanismes d'endommagement des matériaux composites est donnée. La technique d'Emission Acoustique (EA) est ainsi présentée. Les méthodes d'analyse statistique ainsi que les résultats de la littérature relatifs à l'identification de la signature acoustique des différentes sources d'endommagement sont également introduites. Par la suite, l'état de l'art de la méthode d'EA intégrée, les principaux capteurs piézoélectriques utilisés ainsi qu'une description détaillée de la technique d'implant piézoélectrique sont énoncés à la fin de cette partie. Dans la dernière partie de ce chapitre, une revue de la littérature du domaine de recyclage des matériaux composites est réalisée. Différentes technologies de recyclage sont présentées notamment le cas particulier du recyclage des composites biosourcés. Finalement, l'accent est mis sur l'effet du recyclage sur les matériaux composites par le procédé de thermocompression.

## 1.1. Préambule

### 1.1.1. Généralité et exemple de matériaux composites

Le monde végétal est plein de matériaux composites qui ont des propriétés particulières telles que la flexibilité, la légèreté et la robustesse, et tout comme dans la nature l'homme est capable de recréer des structures comparables. Depuis l'antiquité, les gens sur les rives du Nil ont mélangé de la boue et de la paille pour fabriquer leurs briques, c'est un matériau de construction composite (liant et renfort) isolant et économique. Donc lorsqu'au moins deux matériaux de nature différente, ayant des propriétés mécaniques complémentaires, sont combinés pour en créer un nouveau aux propriétés spécifiques, on parle alors de composite. L'objectif de cette association est l'exploitation des propriétés favorables des divers constituants pour avoir un matériau ayant des propriétés supérieures à celles de chacun des constituants isolés [2]. Les composites sont des matériaux hétérogènes qui diffèrent des alliages par le fait que les composants individuels conservent leurs caractéristiques chimiques, physiques et mécaniques [3]. Généralement, ce type de matériau est constitué d'une ou plusieurs phases discontinues intégrées dans une phase continue. La phase discontinue est souvent appelée le renfort ou matériau renforçant qui assure les propriétés mécaniques dans le matériau composite. La phase continue présente la matrice qui imprègne les renforts pour les maintenir dans leur position géométrique. Elle permet également de transmettre les sollicitations mécaniques et les contraintes externes appliquées au matériau. Les matériaux ainsi obtenus sont très hétérogènes et anisotropes. Dans le cas de plusieurs phases discontinues de natures différentes, le composite est dit hybride. Il existe de nombreux cas où la description précédente n'est pas autorisée. C'est dans le cas des polymères modifiés ou chargés avec des particules élastomères. Cette disposition a pour objectif d'améliorer les caractéristiques au choc/amortissement du matériau tout en gardant la même caractéristique statique du polymère (module d'Young, contrainte à la rupture,...etc.).

Comparés aux matériaux métalliques traditionnels, les principaux avantages [3] des matériaux composites sont :

- Faible densité et haute résistance spécifique avec une rigidité intéressante, ce qui les rend plus légers.
- Bonne capacité d'amortissement des vibrations, longue durée de vie en fatigue et une résistance élevée à l'usure, au fluage, à la corrosion et à la température.

- Une forte capacité de façonnage, on peut créer des matériaux avec un champ de forme diversifié et avec différentes épaisseurs, en fonction de la demande. Elle permet de satisfaire différents besoins d'application.

Du fait de leurs propriétés intéressantes par rapport aux matériaux traditionnels, les matériaux composites connaissent depuis plusieurs années un développement exceptionnel dans des secteurs industriels très variés et entrent aujourd'hui dans pratiquement tous les domaines d'applications possibles. Parmi ces domaines :

- Les structures aéronautiques : Aujourd'hui les avions sont plus puissants, plus rapides, plus grands, et plus nombreux ce qui entraîne une consommation énorme de carburant et donc un rejet dangereux de gaz polluant. Pour cela les ingénieurs et les scientifiques des matériaux cherchent des solutions pour réduire au maximum cette consommation. Parmi les solutions, l'utilisation des matériaux composites dans la structure d'avion pour diminuer leur poids puisqu'à distance égale, un avion moins lourd va consommer moins de carburants. Par exemple, la structure globale de l'Euro fighter Typhoon est composée de 40% de matériaux composites à base de fibres de carbone. Ainsi que dans la Boeing B787 et dans l'Airbus A350-XWB le pourcentage de ce type de matériaux atteint respectivement 50% et 52% [4].
- Dans l'industrie automobile : Pour répondre aux exigences de performance et de consommation de carburant, l'utilisation de composites dans l'industrie automobile est en croissance [4].
- Les pales des éoliennes sont généralement constituées de composites pour améliorer l'efficacité de la récupération d'énergie électrique [3].
- Dans les navires ou les infrastructures : les matériaux composites ont une haute résistance à la corrosion. Ils sont par conséquent très employés dans ces domaines. Dans le domaine de nautisme, les matériaux composites se trouvent par exemple dans la coque, au pont en passant par les coffres, tables et autres cloisons. De plus, les pièces de frein et de moteur fonctionnant à haute température sont souvent fabriquées à partir de composites à matrice métallique ou céramique.
- Domaines de sport et des loisirs : C'est l'un des principaux consommateurs de composites [5]. Les matériaux composites offrent aux structures une bonne résistance mécanique et une longue durée de vie tout en gardant un poids réduit.

Généralement, trois types des matériaux composites sont développés et largement utilisés dans de nombreuses applications d'ingénierie : les composites à matrice organique, les composites



à matrice minérale et les composites à matrice métallique. Des exemples de matériaux composites pris au sens large sont donnés au tableau 1.1. [2]

*Tableau 1. 1. Exemples de matériaux composites [2]*

Type de composite	Constituants	Domaines d'application	Exemples	
Composites à matrice organique CMO	Résine / Résines	Imprimerie	Papier, carton	
	souples / Elastomères	Emballage	Panneaux de particules	
	/ charges / fibres naturelle / fibres de verre, de carbone / copeaux de bois /fibres de bois / tissus / bitume / textiles /	Menuiserie	Panneaux de fibres	
	Caoutchouc /toile / acier / microsphères	Sports	Matériaux d'étanchéité	
		Bâtiment, toiture, Terrasse	Pneumatiques	
		Automobile	Stratifiés	
		Aéronautique	Plastiques renforcés	
		etc...		
	Composites à matrice minérale	Ciment / sable/ granulats	Génie civil	Béton
		Carbone / fibres de carbone /	Espace	Composite carbone
Céramique / fibres céramiques		Aéronautique	Composite céramique	
		Sports		
		Biomédecine		
		Pièces thermomécaniques		
Composites à matrice métallique	Aluminium/ Fibres de bore / Fibres de carbone	Espace		

### 1.1.2. Matériaux éco-composites recyclables

Face à la raréfaction des ressources fossiles et au besoin croissant de fabrication des produits respectueux de l'environnement et recyclables, les scientifiques des matériaux et les ingénieurs dans tout le monde ont orienté leurs recherches vers l'étude des nouveaux matériaux à base de matières premières végétales ou animales. Ces études ont demandé le recours à un certain nombre de concepts. Le but de ce paragraphe est de rappeler la définition des termes les plus couramment

utilisés dans ce contexte. On appelle **écocomposite** les matériaux composites **éco-conçus**. Ces nouveaux matériaux désignent tous les produits ayant fait l'objet d'une conception dans le respect des problématiques liées à l'environnement et au développement durable. Ce qui implique, selon l'ADEME<sup>1</sup>, entre autres de recourir « *aussi peu que possible aux ressources non renouvelables en leur préférant l'utilisation de ressources renouvelables, exploitées en respectant leur taux de renouvellement et associé à une valorisation des déchets qui favorise leur réemploi, leur récupération et leur recyclage* ». Ainsi, la conception écologique d'une structure prendra en considération les aspects environnementaux (impact carbone, recyclabilité, etc...), ainsi que les aspects économiques (coûts de production) et sociaux (gestion de main-d'œuvre et des ressources locales, etc...). Aussi, l'éco-conception implique généralement le recyclage des déchets en fin de cycle de vie. Cette définition s'inscrit ainsi dans un contexte lié à une **économie circulaire**.

Par ailleurs, les **écocomposites** sont souvent mentionnés comme des **biocomposites**. Ce sont des matériaux à base partiellement ou totalement fabriqués par la **biomasse**. De cette définition vient aussi la notion des matériaux **biosourcés** dont au moins en partie du composite est constitué des organismes vivants (animaux et végétaux) issus d'un certain milieu (**le biotope**). Parmi les matériaux biosourcés les plus utilisés pour la production des écocomposites, on trouve par exemple les fibres naturelles issues de plantes, telles que le lin et le chanvre. Ces fibres sont utilisées comme des renforts dans les composites. Puisqu'elles sont issues de l'agriculture, on parle alors de constituants **agrosourcés**. Contrairement aux produits **péto-sourcés** (dérivés du pétrole), dont le renouvellement n'est pas maîtrisable, les agro-sourcés présentent une durée de renouvellement relativement rapide (environ une année correspondant au cycle de culture). De plus l'utilisation des **biosourcés** peut garantir aux composites un caractère de **biodégradabilité**. Les biocomposites peuvent donc, dans certains cas, être décomposés par des micro-organismes (bactéries, algues, champignons,...etc.) en présence de composés tels que l'eau, l'oxygène, le dioxyde de carbone, le méthane, etc., à un teneur de 90 % pendant une durée de 6 mois<sup>2</sup>. Il faut noter aussi qu'un **produit biodégradable** ne signifie pas nécessairement qu'il **compostable**. En effet, un produit compostable est limité par des normes de dégradations qui rendent le procédé de dégradation plus rapide (dégradation de 90% en 12 semaines dans un composteur industriel<sup>3</sup>). Cependant, l'utilisation de composants 100% biosourcés ne signifie pas nécessairement que le matériau soit biodégradable ou compostable.

---

<sup>1</sup> Agence De l'Environnement et de la Maîtrise de l'Énergie (ADEME)

<sup>2</sup> Selon la norme EN-13432

<sup>3</sup> Selon la norme EN-13432 :2000

### 1.1.3. Définition de la méthode SHM (Structural Health Monitoring)

Les endommagements fréquemment rencontrés dans les structures composites sont la rupture de fibre, la fissuration matricielle, la rupture de l'interface fibre/matrice et le délaminage. Ces endommagements peuvent gravement dégrader les performances des composites. Par conséquent, ils doivent être identifiés d'une manière rapide et instantanée pour éviter les défaillances structurelles catastrophiques [6]. Dans ce contexte, les méthodes classiques d'essais de contrôle non destructifs (CND), telles que les ultrasons et l'émission acoustique, sont couramment adoptées pour détecter ces défauts. Néanmoins ces méthodes exigent l'utilisation d'équipements complexes et lourds et demandent beaucoup de travail et de temps qui se manifestent dans le montage et le démontage des structures testées, en particulier pour les structures à grande échelle, ce qui engendre une augmentation significative des coûts de maintenance [7-8]. La surveillance structurelle de la santé (SHM : Structural Health Monitoring) est une méthode de détection des défauts développée à partir du CND. Elle combine une technologie avancée de capteurs avec des algorithmes intelligents pour examiner l'état de santé des matériaux composites [9]. Cette méthode est différente des méthodes de CND usuelles par le fait que la détection des endommagements est instantanée grâce aux capteurs incorporés dans la structure. Le but du contrôle de santé intégré (SHM) consiste ainsi à identifier les endommagements, dès leur initiation, le plus tôt possible pour effectuer et programmer une maintenance corrective. Il permet de minimiser les temps d'arrêt, les coûts opérationnels et le coût d'entretien. De plus, il permet de réduire le risque de défaillance catastrophique, de blessure ou même de perte de vie. Les besoins des structures composites en SHM ont été augmentés ces dernières décennies à cause de ses avantages potentiels. Il permet l'amélioration de la fiabilité, de la sécurité et la réduction des coûts du cycle de vie [4].

La méthode SHM a été définie par de nombreux chercheurs et organisations. Par exemple le *comité SHM G-11* pour la surveillance et la gestion structurelle de la santé et le comité directeur de l'industrie aérospatiale (The Aerospace Industry Steering Committee on Structural Health Monitoring and Management (AISC-SHM)), définissent la méthode SHM comme « **le processus d'acquisition et d'analyse des données des capteurs embarqués d'une structure** » [10].

Il existe plusieurs technologies de CND classique et de SHM. Chacune a ses propres avantages, limitations et applications, comme indiqué dans le tableau 1.2. [11].

Tableau 1. 2. Comparaison entre le CND classique et contrôle de la santé intégré (SHM)

Critère	Contrôle non destructif CND	Contrôle de santé SHM
Rôle	Localiser et quantifier les endommagements produits dans le matériau à contrôler	Surveiller les composants critiques. Réduire les coûts d'exploitation et de maintenance. Améliorer les performances et l'efficacité. Prolonger la durée de vie utile.
Installation/ Portabilité	Emplacements fixes dans les laboratoires ou portables pour une utilisation sur le terrain.	Souvent utilisé dans des endroits difficiles d'accès.
Intervalles d'inspection	Rare, données de santé acquise, lors d'inspections périodiques.	Données de santé acquises continuellement ou à la demande.
Enregistrement des données	Enregistrement pendant l'inspection.	Enregistré localement pour un téléchargement ou une récupération ultérieure, ou transmis pour un stockage hors carte.
Automatisation	Principalement manuel, intervention humaine requise	Principalement automatisé
Couverture	Dommages localisés près du capteur ou scannés pour une couverture étendue	Dommages localisés à l'aide de capteurs discrets ou d'une couverture étendue à l'aide d'ondes guidées ou de fibres optiques
Précision	Haute précision	Modérément précis
Taille de l'équipement	Modéré à grand	Petits capteurs et détection
Poids	Modéré à lourd	Léger à modéré
Coût du matériel	Modéré à élevé	Faible à modéré
Le coût opérationnel	Modéré à élevé, dépend des intervalles d'inspection périodiques	Faible à modéré, n'est pas lié à des inspections périodiques

La méthode SHM a été définie par nombreux chercheurs et organisations. Par exemple les travaux de Farrar et Worden [6] se sont focalisés sur l'importance de l'analyse des caractéristiques dans leur définition de SHM : « *c'est l'observation d'une structure ou d'un système au fil du*

*temps en utilisant des mesures périodiquement espacées, l'extraction des caractéristiques sensibles aux endommagements de ces mesures, et l'analyse statistique de ces caractéristiques pour déterminer l'état de santé actuel* ». En conclusion, la méthode SHM consiste à intégrer un ensemble de capteurs et/ou d'actionneurs dans une structure dans le but d'avoir des informations nécessaires pour surveiller l'état de santé de la structure de manière continue ou périodique. La méthode SHM gagne de l'importance à cause de l'utilisation croissante des structures composites pour des applications liées à la sécurité, la construction et le domaine du transport, par exemple dans l'aérospatiale.

#### 1.1.4. Les renforts

Les matériaux composites peuvent offrir à la fois une excellente rigidité et une bonne propriété d'amortissement. La rigidité est la capacité d'un matériau à s'opposer à des déformations lorsqu'il est soumis à des sollicitations mécaniques. Elle est assurée principalement par le renfort qui a pour rôle de supporter l'essentiel de l'effort mécanique appliqué au matériau composite grâce à ses caractéristiques mécaniques élevées (modules d'Young, limite d'élasticité, résistance mécanique, ...etc.) [12]. Le renfort peut se présenter sous différentes formes [13]:

- *Fibres courtes et longues* pour les renforts surfaciques non texturés, tels que le mat (nappe de fibres en vrac non tissées)
- *Fibres continues* pour les renforts texturés, tels que les tissus (taffetas, sergé et satin), ou les renforts unidirectionnels, tels que les nappes.
- *Particulaire, charges* sous forme de microbilles, de fibres broyées, et de poudre micro ou nano particulaire.

Dans cette étude, on s'intéresse aux fibres végétales. Les fibres les plus utilisées sont les fibres de lin, de chanvre, de jute, de kenaf et de sisal [14]. Elles garantissent une diminution des impacts environnementaux et elles sont potentiellement recyclables en fin de vie, contrairement aux fibres synthétiques qui ne peuvent pas être recyclées [15,16]. La production de ces fibres nécessite également moins d'énergie que celle des fibres synthétiques [17]. Dans le domaine du transport, ces types de fibre ont été exploités grâce à leur faible densité comparée à celle des fibres synthétiques, ce qui permet de réduire la masse des structures et par conséquent réduire le taux de consommation d'énergie [16]. Le tableau 1.3. présente une comparaison des paramètres écologiques entre les fibres de verre et les fibres naturelles [15].

*Tableau 1. 3. Comparaison de paramètres écologiques entre les fibres de verre et les fibres naturelles [15].*

Caractéristiques	Fibres naturelles	Fibres de verre
Densité	Faible	Deux fois plus que les fibres naturelles
Coût	Faible	Faible, mais supérieur à celui des fibres naturelles
Renouvelable	Oui	Non
Recyclable	Oui	Non
Consommation d'énergie	Faible	Élevée
Distribution	Large	Large
Émission CO <sub>2</sub>	Oui	Non
Risque pour la santé	Non	Oui
Exploitation	Biodégradable	N'est pas biodégradable

Bonnafous [18] a montré que les composites verre/époxy, lin/époxy et chanvre/époxy présentent des caractéristiques mécaniques spécifiques similaires jusqu'à un taux massique de fibres d'environ 50%. Dans de nombreuses applications, les fibres naturelles peuvent donc remplacer les fibres de verre. Diverses études ont montré que les fibres naturelles présentent des propriétés parfois mieux que celles des fibres de verre [15,19,20,21] (Tab 1.4.).

*Tableau 1. 4. Propriétés des fibres naturelles et celles des fibres de verre [9].*

Propriétés	Verre	Chanvre	Jute	Ramie	Coir	Sisal	Lin	Cotton
Densité (g/cm <sup>3</sup> )	2.55	1.48	1.46	1.5	1.25	1.33	1.4	1.51
Résistance à la traction (MPa)	2400	550-900	400-800	500	220	600-700	800-1500	400
Module d'Young (GPa)	73	70	10-30	44	6	38	60-80	12
Module Spécifique (E/ρ)	29	47	7-21	29	5	29	26-46	8
Allongement jusqu'à la rupture (%)	3	1.6	1.8	2	15-25	2-3	1.2-1.6	3-10
Absorption d'humidité (%)	–	8	12	12-17	10	11	7	8-25

### 1.1.5. La matrice

Les fonctions principales de la matrice sont le maintien des renforts et la transmission des efforts mécaniques aux fibres. Le liant assure aussi la protection du renfort vis-à-vis des diverses conditions environnementales et il donne la possibilité d'avoir la forme voulue d'un produit réalisé. Comme mentionné dans les paragraphes précédents, il existe de nombreux types de matrices telles que les matrices métalliques, céramiques, organiques ou polymères. Dans cette étude, nous nous intéresserons principalement à la matrice à base de polymère. Le terme polymère désigne une macromolécule constituée d'un assemblage d'un grand nombre d'unités de répétition (les monomères) unies les uns aux autres par des liaisons covalentes. La propriété globale de ce polymère dépend de ces liaisons covalentes et de la manière d'arrangement des monomères. Les principales matrices polymères utilisées dans les matériaux composites sont les thermoplastiques et les thermodurcissables.

#### 1.1.5.1. La résine thermodurcissable

La résine thermodurcissable est un polymère, initialement à l'état liquide, constitué des chaînes moléculaires arrangées en un réseau tridimensionnel et liées entre elles par des liaisons chimiques fortes. Ces chaînes sont établies d'une façon irréversible c'est-à-dire que la résine est susceptible d'être transformée qu'une seule fois et ne peut être ni dissoute ni refondue après polymérisation. Les matrices thermodurcissables les plus utilisées dans l'industrie des composites sont les résines époxydes et les polyesters qui présentent des propriétés mécaniques élevées. Le problème de ces résines c'est qu'elles ne sont ni biodégradables ni recyclables. Cependant, il existe des résines thermodurcissables partiellement biosourcées (jusqu'à 70% de contenu biosourcé) [22,23]. Ces résines partiellement de biobase sont censées permettre aux industriels de minimiser l'impact environnemental des leurs produits composites.

#### 1.1.5.2. La résine thermoplastique

La résine thermodurcissable durcie d'une façon irréversible grâce à un mécanisme de réticulation. Elle n'est alors ni réutilisable ni recyclable. La résine thermoplastique apporte de vraies solutions face à ces limites. Elle est constituée des macromolécules linéaires liées par des liaisons faibles souvent connues par le nom (liaison de Van der Waals, liaison hydrogène). La polymérisation de cette résine est réversible et elle peut être chauffée au-dessus de sa température de fusion et moulée à nouveau dans de nouvelles formes. Donc ce type de polymère peut être recyclé et réutilisé plusieurs fois dans de nouveaux produits [24]. Parmi les résines thermoplastiques les plus couramment utilisées, nous pouvons citer le polyéthylène (PE) [25, 26], le polypropylène (PP) [27, 28], ou encore les polystyrènes (PS) [29, 30]. De plus, des

thermoplastiques à base des constituants partiellement ou totalement biosourcés font leur apparition sur le marché. Par exemple, on trouve le polyéthylène téréphtalate (PET) qui est partiellement biosourcé. On trouve aussi l'acide polylactique (PLA) [31] ou l'acétate de cellulose [32] qui sont des thermoplastiques totalement biosourcés. Ces matériaux constituent une bonne solution pour répondre aux problèmes environnementaux actuels générés par les déchets de matières plastiques. L'utilisation de fibres végétales et d'une matrice biodégradable permet ainsi la réalisation des matériaux totalement biodégradables [33]. Néanmoins, malgré les bonnes performances environnementales de ces composites biosourcés, leur utilisation dans des applications structurelles est généralement limitée à cause de leurs caractéristiques mécaniques et thermiques.

La figure 1.1. présente une synthèse des matrices polymères les plus couramment utilisées selon l'étude de Faruk et al. [34]. Dans cette figure les polymères ont été classés en fonction de leur taux de contenu biosourcé (en abscisse) et en fonction de leur biodégradabilité (en ordonnées).

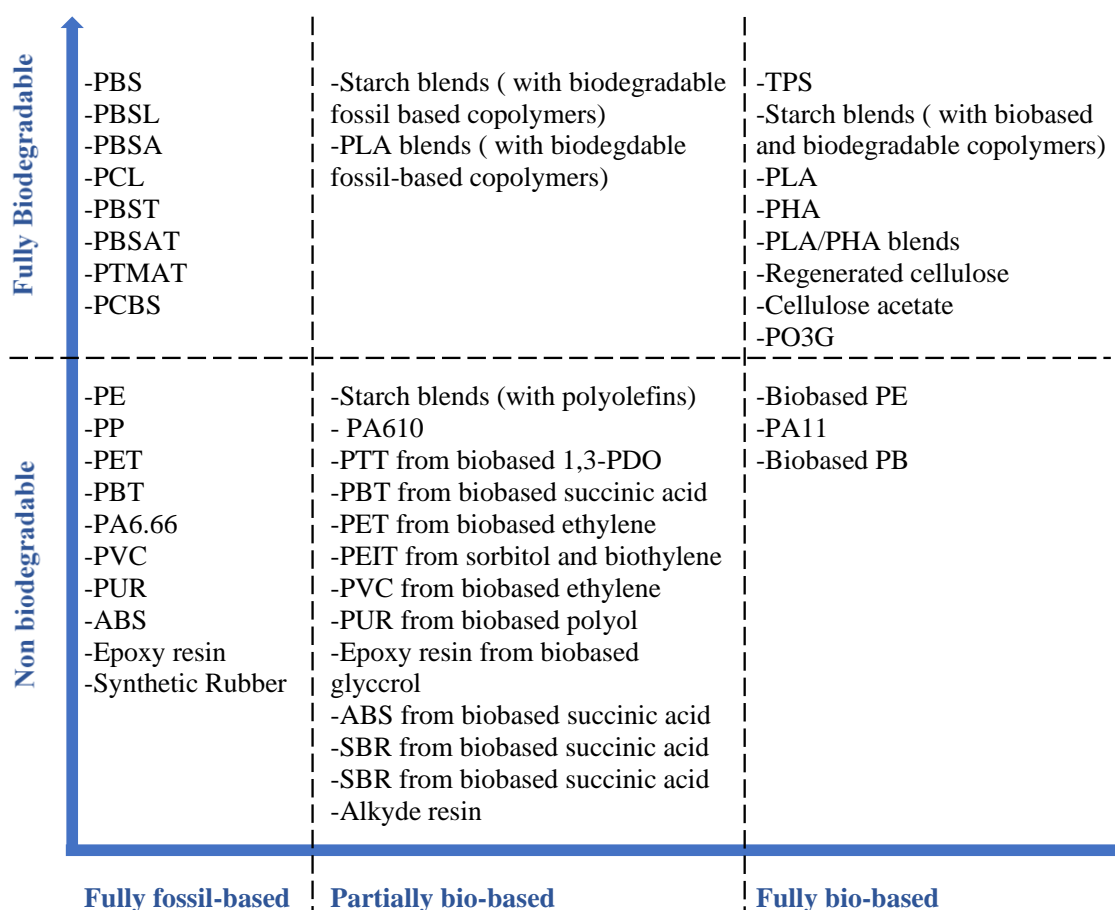


Figure 1. 1. Exemples de résines thermoplastiques pétro ou biosourcés selon Faruk et al. [34]



### 1.1.6. Architecture des matériaux composites

Plusieurs architectures de matériaux composites peuvent être élaborées en fonction du type et de l'orientation des fibres ainsi que la matrice choisie. La figure 1.2. présente les configurations les plus utilisées :

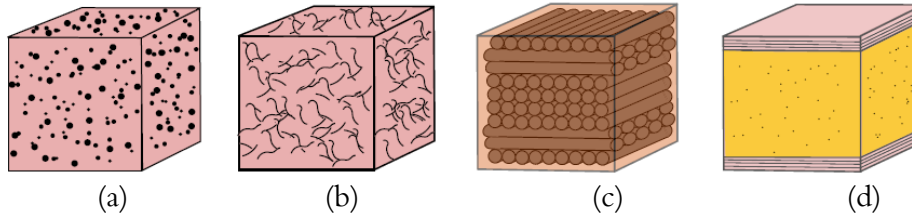


Figure 1. 2. Architectures courantes des matériaux composites : a) composite chargé, b) composite à fibres courtes, c) composite stratifié à plis unidirectionnels et d) composite à structure sandwich

- Les composites chargés : Les charges et additifs ne sont pas considérés comme des renforts. Généralement, ils servent à améliorer l'adhérence entre la fibre et la matrice, ou à ajouter au matériau composite des propriétés particulières (agents anti-UV, pigments de coloration, etc.)
- Les composites à fibres courtes : Ce type de composites est principalement employé dans des applications non structurales. Par rapport à la matrice d'origine non chargée et en fonction de la longueur des fibres utilisées, il est possible d'augmenter les performances de 20 à 30%. Le composite obtenu peut donc quasiment être considéré comme isotrope.
- Les composites stratifiés à plis unidirectionnels : Ces matériaux sont composés des différents plis de fibres superposés. Les niveaux de performances varient en fonction du sens d'orientation des plis et selon la séquence d'empilement choisie. Une configuration avec des renforts multidirectionnels peut être alors fabriquée. Cependant, les composites stratifiés avec des plis unidirectionnels présentent les propriétés mécaniques plus élevées à condition qu'on garde un taux de fibres supérieur à 30%. Les composites stratifiés sont généralement utilisés dans des applications structurales.
- Les composites à structures sandwichs : ces structures sont composées de deux peaux minces (généralement en composites) collées de part et d'autre à une âme légère (bois de balsa, mousse, nid d'abeilles, etc.). L'âme est constituée normalement par un matériau à faible résistance mécanique donc elle ne sert pas à renforcer mécaniquement la structure. Elle confère à la structure, grâce à son épaisseur élevée, une rigidité en flexion élevée tout en gardant une masse faible. L'âme du sandwich supporte essentiellement les efforts de cisaillement, si la structure est sollicitée en traction, et éventuellement les efforts de compression. Ainsi, elle permet d'améliorer le moment quadratique de la pièce ce qui augmente énormément sa rigidité et sa résistance mécanique en flexion. Les panneaux

sandwichs sont employés dans différents domaines d'application nécessitant des propriétés spécifiques élevées (propriétés mécaniques rapportées à la masse) telles que les éoliennes, les cloisons et les coques de bateaux.

## 1.2. Étude des mécanismes d'endommagement des matériaux composites

### 1.2.1. Principaux endommagements dans les composites stratifiés

Les matériaux composites peuvent présenter d'excellentes caractéristiques telles que la légèreté, la rigidité sans oublier la bonne résistance à la fatigue dans des conditions de fonctionnement standard. Néanmoins, en présence de conditions environnementales agressives, les performances et propriétés mécaniques de ces matériaux peuvent subir des détériorations. La dégradation de ces propriétés est généralement causée par ces trois grandes familles [35,36] :

- Vieillessement : dû aux actions combinées de la température, de l'humidité, et de la pression environnementale.
- Les impacts : ils sont provoqués par des chocs (par exemple des collisions en vol avec des oiseaux), ou des chocs à basse vitesse (par exemple, chute d'objets lors de la maintenance).
- La fatigue mécanique : elle se manifeste lorsque la structure est soumise à des sollicitations cycliques.

Différents types des mécanismes d'endommagement apparaissent dans les matériaux composites lors de leurs sollicitations. Dans le cas des composites stratifiés à renforts fibreux, ces endommagements peuvent être classés en quatre familles [2] (Fig 1.3.):

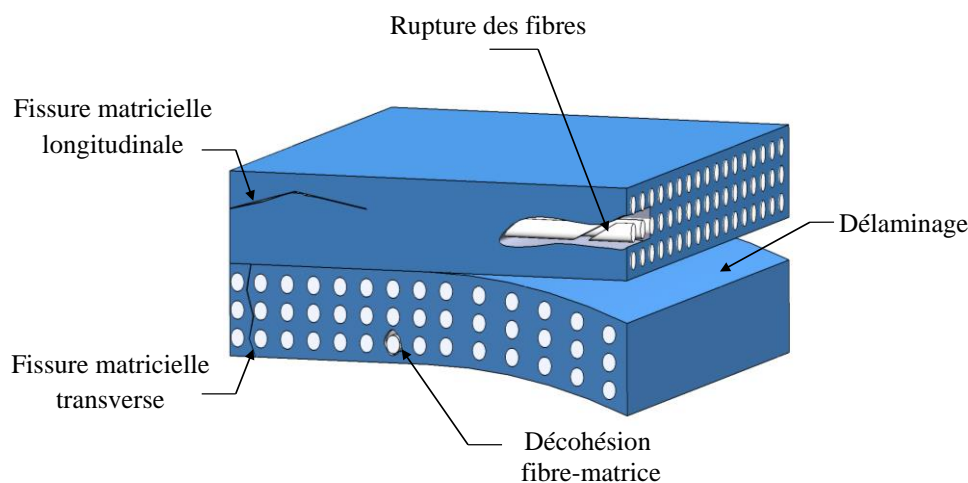


Figure 1. 3. Principaux mécanismes d'endommagements rencontrés dans un matériau composite stratifié

- Fissuration matricielle : Des microfissurations apparaissent au niveau de défauts présents dans la matrice suivies d'une propagation de fissure plus importante suivant la direction perpendiculaire à la sollicitation. Ce mode d'endommagement peut se produire, soit par fissuration transversale, lorsque la contrainte de traction dépasse la contrainte à la rupture de la matrice, soit par fissuration longitudinale, quand la contrainte de décohésion est supérieure à celle du cisaillement. Dans le cas où la contrainte est suffisamment importante, la fissure peut provoquer une rupture de fibre ou une décohésion fibre/matrice.
- Décohésion fibre/matrice : C'est un défaut qu'on trouve dans la zone de transfert de charge à l'interface fibre/matrice. L'adhérence entre la fibre et la matrice influe beaucoup sur la propagation de la fissure. Cela est dû essentiellement à l'efficacité du transfert des charges à l'interface fibre/matrice ainsi qu'à la concentration des contraintes aux extrémités des fibres. Dans le cas d'un composite stratifié à plis unidirectionnels sollicité avec une charge parallèle aux fibres, on peut distinguer trois types d'interfaces fibre/matrice. Le premier correspond à un coefficient d'adhérence entre les fibres et la matrice très fort. Dans ce cas, une rupture fragile sera observée dont la propagation de la fissure aura été initiée soit par rupture de renfort, soit par rupture totale de la matrice. Le deuxième cas correspond à une interface fibre/matrice plus faible, où les fissures de la matrice sont déviées à l'interface et la décohésion fibre/matrice s'étend sur une très grande distance. Le dernier cas se présente par une qualité d'interface intermédiaire où les fissures au contact des fibres se déforment dans le plan perpendiculaire, provoquant ainsi la séparation de la matrice et l'interface.
- La rupture des fibres : La rupture d'une fibre se produit lorsque l'orientation des fibres coïncide plus ou moins avec l'axe de sollicitation du matériau composite. Ce type d'endommagement évolue très rapidement avec l'augmentation de la contrainte appliquée et il est généralement la conséquence d'apparition de deux types d'endommagement mentionnés précédemment. Lorsque des fissures apparaissent dans la fibre, son instabilité deviendra très importante, conduisant ainsi à sa rupture complète.
- Le délaminage : Le mécanisme de délaminage résulte d'une chronologie de divers types d'endommagement. Le délaminage se présente comme une séparation locale entre deux plis du matériau composite. Il se produit soit à cause d'une concentration de contraintes à l'interface des plis, soit à cause d'une accumulation de fissuration transversale très importante. Ce type d'endommagement affecte largement les caractéristiques mécaniques de la structure composite.

### 1.2.2. Identification des mécanismes d'endommagement par Émission Acoustique classique

Les endommagements dans les matériaux composites sont causés par l'apparition et l'accumulation des défauts (porosité, inclusion, etc.). Ils contribuent largement au phénomène de dégradations des propriétés physiques et mécaniques du matériau. Il est important donc de détecter et d'identifier ces mécanismes d'endommagement au cours des sollicitations.

Les méthodes de détection et/ou de suivi des défauts sont nombreuses et sont classées en deux groupes :

- *Les méthodes directes* : Observation directe de l'endommagement en utilisant par exemple un microscope optique ou à balayage (MEB), la diffusion des rayons X ou bien une analyse d'images,...etc.
- *Les méthodes indirectes* : Consistent à contrôler l'endommagement par la mesure d'un ou plusieurs paramètres physiques qui varient en fonction du type d'endommagement. Parmi ces méthodes, il existe l'émission acoustique, l'ultrason, la vibration, la thermographie, contrôle santé intégré (SHM),... etc.

Aujourd'hui, la méthode d'émission acoustique (AE), est largement employée pour surveiller l'endommagement en temps réel dans les composites [37,38,39]. C'est une technique de contrôle non destructif basée sur l'analyse des ondes élastiques dans un matériau qui sont créées sous l'action d'un ou plusieurs efforts extérieurs au niveau des défauts. Joseph Kaiser [40] est parmi les premiers chercheurs qui ont utilisé cette technique au début des années 1950. Il l'a utilisé pour détecter les sons produits par la déformation lors d'un essai de traction sur un échantillon métallique. Au milieu des années 1950, Schofield [41] et Tatro [42] ont développé cette technique lors de la déformation plastique, en améliorant le dispositif expérimental de AE. Au début d'année 1960, l'émission acoustique a été utilisée dans le domaine de la science des matériaux ainsi que dans l'industrie aérospatiale comme une méthode de contrôle non destructif. En 1963, Dunegan [43] a réalisé le premier test d'AE sur des récipients sous pression. Au début des années 1970, l'EA a été utilisée dans le domaine des composites renforcés de fibres afin d'évaluer l'évolution de l'état du matériau sous contraintes.

#### 1.2.2.1. Définition de la méthode d'Emission Acoustique (EA)

Selon la norme française AFNOR, le terme « émission acoustique » décrit « *le phénomène de création d'ondes élastiques transitoires résultant de micro-déplacement interne dans le matériau* [44] ». La source de ces ondes élastiques étant le matériau lui-même. En effet, lorsque le matériau est sollicité par une ou plusieurs contraintes extérieures (mécaniques, thermiques, chimiques,...etc), une dissipation d'énergie emmagasinée a lieu à cause des défauts existants dans

le matériau. Une partie de cette énergie est la source de micro déplacement engendrant ainsi les ondes élastiques. Ces ondes élastiques sont détectées et transformées en signaux acoustiques par le dispositif d'EA. Le signal acoustique peut être créé par différents mécanismes appelés sources d'émission acoustique. Cette source est liée à des phénomènes irréversibles dans le matériau tels que : les dislocations, la transformation de phase, la création et la croissance de fissures [45,46].

L'émission acoustique est une technique de contrôle non destructive très prometteuse qui attire de plus en plus l'attention des scientifiques que ce soit pour le suivi de l'intégrité des structures en service ou pour l'étude des mécanismes d'endommagement. La méthode est largement utilisée dans le domaine de pétrochimie (cuves et sphères de stockage), des ouvrages d'art (Pont de Millau équipé de capteurs) ainsi que dans l'aéronautique. Elle est aussi souvent utilisée pour le contrôle de l'évolution de l'endommagement en temps réel et in situ dans les matériaux composites.

Les transducteurs le plus utilisés dans le dispositif d'EA sont les capteurs de type piézoélectriques, fabriqués à partir de céramique ferroélectrique [47]. Le dispositif expérimental de l'EA est composé par des capteurs piézoélectriques, des amplificateurs, d'un système acquisition et de stockage et d'un logiciel pour les traitements. La figure 1.4. présente une vue d'ensemble du dispositif expérimental [48]. Sous sollicitation, des ondes élastiques, de nature et de fréquences diverses, se sont créées au niveau des défauts à l'intérieur du matériau. Ces ondes sont recueillies par un capteur piézoélectrique, ensuite elles sont conditionnées par des préamplificateurs et des filtres. Ces ondes sont converties en signaux électriques grâce au caractère piézoélectrique des capteurs et fournissent alors le signal d'émission acoustique. Généralement, les capteurs d'EA sont fixés sur la surface du matériau. Entre la surface de capteur et la surface de l'échantillon, un couplant visqueux est utilisé permettant d'assurer et d'améliorer la bonne transmission des ondes acoustiques. La graisse silicone est généralement le couplant le plus utilisé.

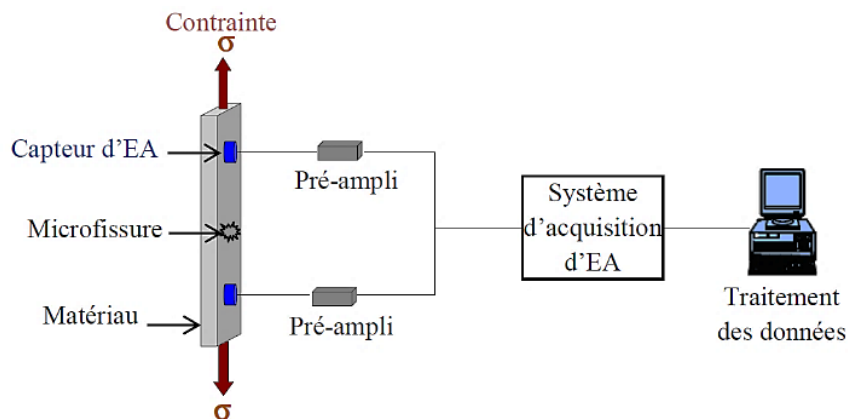


Figure 1.4. Dispositif expérimental de l'émission acoustique

Il existe deux types de capteurs utilisés dans le dispositif d'EA :

- Capteurs à large bande : Ils présentent une bande passante des signaux assez large pouvant aller jusqu'au MHz. Ces capteurs permettent de modifier légèrement la forme réelle du signal, mais leur sensibilité est faible.
- Capteurs résonnants : La bande passante est moins large. Cependant, les capteurs résonnants sont les plus utilisés puisqu'ils possèdent une meilleure sensibilité et permettent de détecter les ondes de plus faible amplitude.

### 1.2.2.2. Paramètres caractéristiques des signaux d'EA

Parfois dans les composites, il existe des microdéfauts qui n'évoluent pas en fonction de la charge appliquée. Ils n'affectent pas donc les caractéristiques du matériau. L'identification de ce type de défauts est une perte du temps. La méthode d'EA ne permet la détection que des défauts potentiellement dangereux qui affectent le comportement mécanique du matériau soumis à une sollicitation [49]. Ce filtre est effectué en définissant *un seuil de détection* d'émission acoustique en dessous duquel aucun événement (salve acoustique) ne sera détecté par le système d'acquisition. Donc le seuil d'acquisition est le paramètre qui définit le début d'une salve à partir duquel les signaux acoustiques sont enregistrés. Il est exprimé en dB. La figure 1.5. présente une forme typique d'une salve acoustique créée par l'apparition d'un mécanisme d'endommagement.

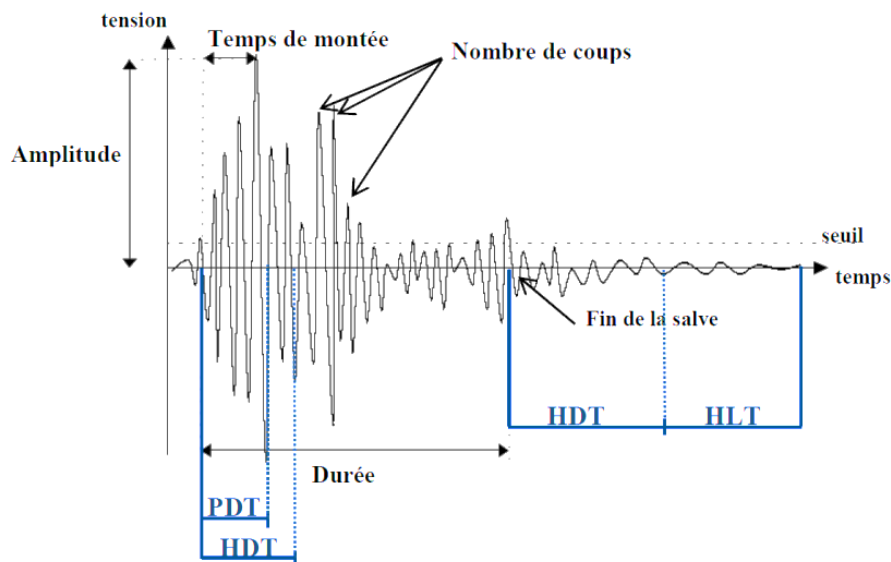


Figure 1. 5. Présentation schématique d'une salve d'émission acoustique et ses principaux paramètres.

Après une caractérisation de début d'une salve (Fig 1.5.), un réglage de quelques paramètres temporels définissant la fin de la salve est nécessaire. L'objectif est d'identifier et de décrire les événements acoustiques de manière réaliste. En effet, la durée réelle d'une salve est très faible, elle peut varier de quelques microsecondes à quelques centaines de millisecondes ce qui rend la

représentation du phénomène étudié très difficile. D'où la nécessité de définir la fin de salve via ces paramètres temporels :

- *PDT (Peak Definition Time)* définit le pic ayant la plus forte amplitude ainsi que le temps de montée de la salve d'EA. Ce paramètre commence au premier dépassement de seuil et est réfléchi si un nouveau maximum est rencontré pendant le temps PDT. Ce paramètre est exprimé en  $\mu s$ .
- *HDT (Hit Définition Time)* permet au système de déterminer l'extrémité du coup, de définir la fin du processus de mesure et de stockage des caractéristiques mesurées de la salve. Le HDT se déclenche par le dépassement de seuil. Dans la plupart des systèmes PAC (Physical Acoustics Corporation), le HDT doit être au moins deux fois plus long que la PDT. La valeur de ce paramètre doit être suffisante pour s'étendre sur des intervalles dans lesquels le signal à mesurer tombe en dessous du seuil. De plus, le HDT doit être défini aussi court que possible, afin de permettre un débit de données élevées et éviter le risque que deux événements distincts soient traités comme un seul coup. Ce paramètre est exprimé en  $\mu s$ .
- *HLT (Hit Lockout Time)*: a pour fonction d'éliminer la mesure des réflexions et des parties tardives des signaux d'EA, de sorte que les données des salves arrivées puissent être acquises à un taux plus rapide. Le HLT se déclenche par le temps HDT. Ce paramètre est exprimé en  $\mu s$ . Les valeurs des paramètres PDT, HDT et HLT vont définir la manière dont seront calculés les paramètres des signaux d'EA.

Les mécanismes à l'origine de l'EA sont de différentes natures et chaque salve correspond à un mécanisme d'endommagement bien déterminé tel que la fissuration, la décohésion, la rupture de fibre et le délaminage. Il devient donc nécessaire d'identifier chaque salve avec sa cause d'apparition. Rappelons qu'un signal acoustique est une onde qui dépend de la tension et du temps. Donc c'est l'analyse des formes d'ondes qui fournit des informations sur l'endommagement produit dans un matériau sollicité. Par conséquent, les paramètres mentionnés dans le tableau 1.5. permettent de caractériser un type de signal acoustique dans le but de connaître les différents mécanismes d'endommagement présents dans le matériau.

Tableau 1. 5. Paramètres d'identification des signaux d'émission acoustique [50]

Paramètres	Définition
Amplitude(dB)	Correspond à la plus grande valeur de la crête du salve $A = 20 \log\left(\frac{V(t)}{1\mu V}\right) - (preamGain)$ <p>Avec :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>preamGain</i> est la valeur du gain de préamplificateur des transducteurs d'EA en dB</li> <li>• <i>V(t)</i> est la valeur du voltage détecté.</li> <li>• 0 dB correspond à 1 <math>\mu V</math> en sortie des transducteurs</li> </ul>
Le nombre de coups	Le nombre de fois que le signal AE dépasse le seuil de détection sur toute la durée du signal.
La durée ( $\mu s$ )	Le temps écoulé entre le premier et le dernier dépassement du seuil. Elle s'exprime en microsecondes ( $\mu s$ ).
L'énergie du signal (aJ)	C'est l'énergie générée par un événement dans le matériau, elle s'exprime en attojoule (aJ), Elle est définie par : $E(T) = \int_T A^2$
Le temps de montée $v(\mu s)$	Correspond au temps entre la crête maximale et le premier dépassement du seuil Il s'exprime en microseconde ( $\mu s$ ).
La fréquence moyenne (KHz)	Exprimé en kHz, correspond au nombre de coups d'une salve divisée par sa durée.

### 1.2.2.3. Méthode d'identification de la signature acoustique dans les matériaux composites

Le dispositif de l'EA sert à détecter les signaux acoustiques qui apparaissent à cause de l'existence d'une source d'endommagement dans le matériau composite. Après l'enregistrement des signaux, une étape d'analyse de ces signaux est nécessaire pour pouvoir les identifier et les attribuer aux leurs sources d'apparition (différent mécanisme d'endommagement). Cette analyse se base sur des méthodes de tri et de classification des événements détectés selon leurs différents paramètres [51].

Dans cette étude, nous proposons d'utiliser une méthode de classification dite non supervisée souvent connue par le nom «Algorithme de K-moyennes». Cette technique consiste à regrouper les évènements détectés en classes de signaux acoustiques mathématiquement



semblables. Par la suite, des analyses microscopiques et des études mécaniques complémentaires permettent de trouver un lien entre les sources d'endommagement observées et les signatures acoustiques enregistrées. Plusieurs études utilisent cette méthode pour étudier les mécanismes d'endommagement des composites renforcés de fibres de verre ou de carbone en analysant les paramètres temporels des signaux [52,53,54,55]. Par exemple Godin et al. [40] ont étudié la classification des signaux acoustiques enregistrés lors des essais de traction réalisés sur des composites stratifiés unidirectionnels et croisés. Deux algorithmes de classification ont été employés pour traiter les données d'EA : une méthode de classification non supervisée (Analyse par la méthode de k-moyennes et Analyse en composant principal «ACP») et une méthode de classification supervisée (k plus proches voisins). Dans un premier temps, leurs résultats montrent que la méthode non supervisée permet la séparation de façon reproductible les événements acoustiques perçus en différentes classes, ceci à partir des paramètres des salves acoustiques, sans besoin de connaître leur source physique d'apparition. Les connaissances acquises à partir des essais mécaniques, des observations microscopiques et de l'activité acoustique des différentes classes d'événements ont permis d'établir une labellisation des classes de signaux à partir des données obtenues. Ainsi, chaque classe acoustique a pu être associée à un ou plusieurs mécanismes d'endommagement. Dans un second temps, l'utilisation d'une technique de classification supervisée a permis d'interpréter les signaux en temps réel, quels que soient la température, l'essai mécanique et la contrainte appliquée (statique ou cyclique), à partir d'une bibliothèque des signaux applicable sur tous les essais. En effet, la classification de nouveaux signaux se fait par une comparaison entre les descripteurs calculés sur les nouveaux signaux et ceux calculés à partir des signaux de la bibliothèque. Donc, cette méthode exige la connaissance d'une bibliothèque de données acoustiques pour effectuer la classification des nouveaux signaux. Parmi ces méthodes, il existe aussi : l'analyse de Fisher, LVQ (Learning Vector Quantization) et Multi-Layer Perceptron (MLP). Par ailleurs dans la méthode de classification non supervisée la connaissance d'une bibliothèque de signaux acoustiques n'est pas exigée et il n'y a plus de comparaison. La classification des signaux est effectuée grâce à des algorithmes tels que l'analyse en composantes principales (ACP), les k-moyennes, la carte de Kohonen,...etc.

Dans le cas des éco-composites, plusieurs recherches ont été menées sur les différents constituants du composite pour identifier et caractériser les mécanismes d'endommagement [56, 57, 58,48]. Par exemple, Rhomany et al. [59] ont utilisé la méthode de l'émission acoustique (EA) lors d'un essai de traction sur un faisceau de fibres de lin. Ils montrent l'existence de trois classes acoustiques bien séparées selon l'amplitude des salves. Ils attribuent ces classes à la séparation longitudinale des fibres élémentaires à l'intérieur du faisceau, à la microfissuration des

fibres ainsi qu'à leur rupture complète qui conduit à la rupture de l'ensemble du faisceau. D'autres auteurs ont également effectué des essais suivis par émission acoustique (EA) des échantillons de résine pure. Plusieurs phénomènes peuvent être distingués, tel que le craquage de la matrice et le frottement matrice/matrice [60]. A l'échelle du composite, les principaux mécanismes d'endommagement étudiés dans la littérature sont la fissuration matricielle, la décohésion au niveau de l'interface fibre/matrice, le délaminage et la rupture de fibre. Bien qu'il existe différents paramètres de classification des événements acoustiques, l'amplitude des signaux reste le paramètre le plus couramment utilisé pour représenter et interpréter les classes acoustiques obtenues. Généralement, les amplitudes entre 40 et 60 dB sont associées à la fissuration de la matrice. Les signaux de la décohésion fibre/matrice sont souvent compris entre 45 et 70dB. Les limites de ces intervalles dépendent évidemment du type de fibres et des matrice considérées. La rupture de fibre est souvent corrélée aux signaux présentant des amplitudes et des énergies les plus élevées. Ces évènements acoustiques apparaissent peu de temps avant la rupture totale de l'échantillon. Dans le cas des composites stratifiés, il est possible parfois d'associer une classe des signaux acoustiques au phénomène de délaminage [61]. C'est un mécanisme d'endommagement global qui peut regrouper plusieurs événements, par exemple l'amorçage, la propagation de fissures ou les signaux liés aux frottements.

Habibi et al. [62] ont étudié les mécanismes d'endommagement du composite époxy renforcé de fibres courtes de lin. Ils ont montré que les fissurations matricielles apparaissent pour des amplitudes comprises entre 50 et 70 dB avec une durée des salves entre 200 et 520  $\mu$ s. La décohésion fibre/matrice a une amplitude entre 60 et 80 dB avec des durées comprises entre 330 et 675  $\mu$ s. Ils ont détecté aussi l'apparition des ruptures des fibres pour des amplitudes plus élevées entre 70 et 90 dB. Les durées de ces types d'endommagement sont dans l'intervalle 400 et 805  $\mu$ s. Pour résumer, le tableau 1.6. présente une synthèse des principales propriétés acoustiques des différents mécanismes d'endommagement trouvés dans la littérature.

Après l'enregistrement et l'identification des signaux acoustiques, des observations microscopiques et des études mécaniques complémentaires sont nécessaires pour établir un lien entre les mécanismes d'endommagement observés et les salves acoustiques détectées. Monti et al. [63] et Roundi et al. [64] ont réalisé des observations microscopiques par microscope électronique à Balayage (MEB) sur des faciès saines et endommagées des composites étudiés. Le but de ces observations est la caractérisation des mécanismes d'endommagement et la différenciation des défauts provenant de la fabrication de ceux résultants des sollicitations.

**Tableau 1. 6. Propriétés acoustiques des principaux mécanismes d'endommagement survenant dans les éco-composites**

Endommagement	Matériau	Propriétés	Références
Fissuration matricielle	Lin/LPET	Amplitude [40-50] dB	[65]
	Birch/PP	Amplitude [35-45] dB	[60]
	Chanvre/PP	Durée [1-80]ms	
	Lin/Époxy	Amplitude [40-60] dB	[58]
		Amplitude [42-60] dB	[48]
Frottement matrice/matrice	Lin/LPET	Amplitude [40-55] dB Durée [20-120]ms	[65]
Frottement fibre/matrice	Lin/LPET	Amplitude [55-85] dB Durée [100-600]ms	[65]
Décohésion fibre/matrice	Lin/LPET	Amplitude [45-60] dB	[65]
	Chanvre/PP	Amplitude [45-60] dB	[58]
	Lin/Époxy	Durée [50-200]ms	
		Amplitude [60-70] dB	[48]
Séparation longitudinale de fibres unitaires	Fibre de lin	Amplitude <35dB	[59]
Fissuration de fibre	Fibre de lin	Amplitude [35-60] dB	[59]
Rupture de fibre	Fibre de lin	Amplitude >60dB	[59]
	Lin/LPET	Amplitude [80-96] dB	[58]
	Chanvre/PP	Amplitude [85-95] dB	[64]
	Lin/Époxy	Amplitude [70-100] dB	[48]

### 1.2.3. Identification des mécanismes d'endommagement par Émission Acoustique intégrée

#### 1.2.3.1. Principaux capteurs utilisés dans la méthode de SHM

Notre étude utilise principalement des capteurs piézoélectriques. Ces capteurs fonctionnent selon l'effet piézoélectrique [66], qui est la capacité du matériau à transformer une énergie électrique en énergie mécanique et vice-versa. Les frères Curie (Jacques Curie et Pierre Curie) ont effectué la 1<sup>ère</sup> démonstration de l'effet piézoélectrique en 1880. En effet, les matériaux piézoélectriques génèrent une tension électrique lorsqu'ils subissent une sollicitation mécanique

(effet direct). En présence d'un courant électrique, ils peuvent aussi se déformer mécaniquement (effet indirect). L'effet direct permet de détecter les signaux électriques provenant des défauts localisés sollicités mécaniquement, comme des fissures, des trous ou des impacts [67,68].

Les piézoélectriques offrent plusieurs avantages pour les applications d'ingénierie [69,70,71] telles que la suppression du bruit [72], la mesure de l'impédance électromécanique [73], la mesure de l'amortissement en vibration [74,75], la surveillance de santé structurale par ultrason [76,77] et par la technique d'émission acoustique [78,79],...etc. Ils sont aussi largement employés pour contrôler l'état de santé de certains matériaux qui interviennent dans la construction des bâtiments en ciment ou des carlingues des bateaux.

Aujourd'hui, il y'a une grande variété des capteurs piézoélectriques que ce soit au niveau de type de capteurs ou bien la forme et la dimension. Ces matériaux sont disponibles sous différentes formes, telles que les films [80], poudre [81], peins [82], multicouche [83] ou fibres simples [84]. Cette variété s'étoffe de plus en plus avec de nouvelles classes piézoélectriques qui apparaissent chaque jour. Donc, il est impossible de citer tous les types des matériaux piézoélectriques. On peut donner par exemple les céramiques synthétiques PZT (Titanio-Zirconate de Plomb) qui sont les plus couramment utilisés en industrie [81]. Ces capteurs présentent un fort couplage électromécanique, un coût faible et une diversité de dimension et de formes. Mais, ils présentent certains inconvénients, tels que la fragilité et leur capacité d'élasticité très limitée qui les rend inadéquates avec des surfaces courbées. Parmi les matériaux piézoélectriques qui s'adaptent bien aux surfaces courbées, notons les fluorures de vinylidène PVDF. Ils présentent une élasticité élevée comme celle des polymères, mais leur coefficient de couplage électromécanique est faible par rapport au PZT. De plus, Bent et al. [85] ont fabriqué un nouveau matériau piézoélectrique appelé « Actif Fiber Composite » (AFC) qui a les points forts communs entre les matériaux PZT et PVDF. Il est composé d'une couche active fabriquée à partir des fibres PZT, enveloppée par une matrice époxy. De plus, la NASA a développé le « Macro Fibre Composite » (MFC) qui se compose de fibres PZT. Ces fibres sont prises en sandwich entre deux couches minces d'une matrice époxy. D'autre part, Lin et Chang [71] ont proposé le « Smart Layer » (Stanford Multi-Actuator Receiver) qui est composé d'éléments piézoélectriques distribués sur un film diélectrique.

Quel que soit le type ou la forme du capteur, tous les matériaux piézoélectriques sont régis par les relations fondamentales de la piézoélectricité qui se présentent sous la forme matricielle suivante [86] :

$$S = s^E T + d^t E \quad (1.1)$$

$$D = dT + \varepsilon^T E \quad (1.2)$$

Avec :

$S$ : est la déformation du matériau

$T$ : la contrainte mécanique

$D$ : la densité surfacique de charges

$E$ : le champ électrique.

$\varepsilon^T$ : Permittivité du matériau à contrainte nulle,

$d$  : constante piézoélectrique : il s'agit du rapport entre la densité de charges et la contrainte à champ électrique nul.  $d^t$  est le transposée de la matrice  $d$  .

$s^E$ : Matrice de souplesse ou Compliance à champ électrique nul (inverse de la raideur mécanique).

Les équations (1.1) et (1.2) correspondent respectivement aux effets piézoélectriques directs et indirects. En effet, la première équation présente la déformation induite du matériau par application d'un champ électrique. Le terme ( $s^E T$ ) correspond à l'élasticité du matériau et l'autre terme ( $d^t E$ ) traduit la contribution correspondant au couplage dû à l'effet piézoélectrique direct. La deuxième équation présente la polarisation du matériau sous l'action d'une contrainte mécanique. Le terme ( $dT$ ) correspond à la contribution du couplage crée par l'effet piézoélectrique inverse et l'autre terme ( $\varepsilon^T E$ ) traduit la relation générale d'un diélectrique.

Le coefficient de couplage électromécanique est défini par :

– Cas d'effet direct

$$k^2 = \frac{\text{Énergie mécanique convertie en charge électrique}}{\text{Énergie mécanique fournie}} \quad (1.3)$$

– Cas d'effet inverse

$$k^2 = \frac{\text{Énergie électrique convertie en déformation mécanique}}{\text{Énergie électrique fournie}} \quad (1.4)$$

Malgré les développements effectués dans le domaine des transducteurs, l'étude de l'effet de l'implant des capteurs sur l'intégrité du matériau composite reste toujours importante. L'intégration d'un corps étranger au sein du matériau entraîne des discontinuités géométriques, et par conséquent une réduction de sa rigidité et une dégradation de l'ensemble de ses performances. Plusieurs études [37, 87, 88, 89] ont été consacrées à la faisabilité d'intégrer différents types de capteurs, la durabilité des capteurs intégrés ainsi que de la durée de vie des

composites intelligents. Dans ces travaux, les chercheurs se sont intéressés à l'étude des mécanismes d'endommagement et à l'évolution des propriétés mécaniques du matériau testé par différents types d'essais. Ils ont développé différentes méthodes de mesure et de surveillance dans les industries du génie civil et de l'aéronautique.

Annamdas et al. [73] ont intégré des transducteurs piézoélectriques (PZT) au sein de béton afin de mesurer l'impédance électromécanique qui permet d'obtenir des informations sur la réponse dynamique et de surveiller l'endommagement du matériau ou de la structure. Le principe de cette technique consiste à enregistrer les signatures de l'admittance électromécanique issues des actionnements des transducteurs PZT en présence d'un champ électrique. Au cours de ces essais, toute perturbation dans les signatures collectées indique la présence d'endommagement dans la structure en béton. Malle et al. [79,90] ont étudié l'effet de l'intégration d'un capteur PZT sur les caractéristiques mécaniques du composite époxy renforcé par des fibres de graphite soumis à des sollicitations mécaniques en statique et en fatigue cyclique. En statique, une diminution de 4% de la rigidité et la charge à la rupture a été observée à cause de l'intégration du capteur. Sous chargement dynamique, leurs résultats montrent des valeurs des durées de vie en fatigue restent très proches de celles mesurées dans les matériaux sans intégration. Qing et al. [92] ont intégré un réseau de capteurs au sein d'une structure composite 3D d'une façon permanente pour surveiller l'état de santé du matériau tout au long de sa durée de vie. Ils ont étudié à la fois la technique d'impédance électromécanique et la propagation des ondes élastiques. En effectuant des essais mécaniques sur des échantillons composites avec et sans intégration, ils ont montré que la présence d'un réseau des capteurs au sein de la structure n'a pas d'effet significatif sur sa résistance et ne provoque pas de décohésion. Ghezzi et al. [78] ont évalué l'état de santé d'un composite verre/époxy par la méthode d'émission acoustique intégrée avec des capteurs piézoélectriques. Ils montrent que les caractéristiques mécaniques du matériau intégré sont proches de celles du matériau sans intégration. Leurs résultats montrent aussi que les premiers événements acoustiques apparaissent à  $\frac{1}{4}$  de la contrainte maximale appliquée pour les éprouvettes intégrées. De plus, ils ont remarqué que les signaux détectés sont localisés à l'emplacement de l'intégration du capteur à cause des discontinuités matérielles et géométriques présentes dans cette zone. De Rosa et Sarasini [79] ont utilisé les capteurs de poly fluorure de vinylidène (PVDF). Ils ont montré que ces capteurs peuvent être intégrés dans les structures composites sans affecter significativement les propriétés mécaniques. De plus, ils ont employé les PVDF comme capteurs de détection d'endommagement des composites par émission acoustique intégré. Leurs résultats montrent que le PVDF peut être utilisé dans un système de surveillance de santé structurale efficace et avec un coût faible.

### 1.2.3.2. Présentation de la technique de l'implant piézoélectrique

La technique de l'implant piézoélectrique consiste à intégrer le capteur PZT à l'intérieur d'un matériau composite avant sa mise en forme en vue du contrôle in situ de son état de santé. Il est nécessaire d'utiliser des capteurs de taille la plus réduite possible et en particulier de faible épaisseurs. De nombreuses entreprises [90,91] ont proposés des transducteurs adaptables pour la détection des endommagements in situ. Pour un composite stratifié, deux techniques d'implantation des transducteurs piézoélectriques sont décrites dans la littérature [92, 93]. La première consiste à couper une partie des renforts du composite à l'emplacement du transducteur et à l'intégrer lors de sa fabrication. Elle est employée par plusieurs chercheurs tels que Elspass et al. [94], Hagood et al. [95], Moulin et al. [96], Mall et Hsu [70] et Warkentin et Crawley [97]. La deuxième technique est l'insertion du capteur directement entre les plis du composite sans couper les fibres. De nombreux chercheurs ont étudié cette méthode, on peut citer par exemple : Bourasseau et al. [98], Paget et al. [76, 99], Neary et al. [100].

Elspass et al. [94] ont appliqué la technique de découpe pour intégrer un transducteur piézocéramique dans un composite thermoplastique renforcé par des fibres de carbone (CFRP). Ils ont fabriqué un capteur piézocéramique ayant deux interconnecteurs élaborés à partir de la même matière que les composites et revêtus par deux plis thermoplastiques renforcés par des fibres de verre (GFRP). Les deux interconnecteurs ont été placés sur chaque côté de l'élément piézocéramique comme le montre la figure 1.6. Le revêtement par GFRP sert à garantir une isolation électrique des interconnecteurs supérieur et inférieur. Pour le câblage, les fibres de carbone offrent une conductivité suffisante ( $R = 10\text{--}50 \Omega$ ) permettant ainsi une intégration parfaite dans la structure porteuse sans influencer la résistance de la structure hôte et garantissent une bonne connexion électrique aux électrodes de la piézocéramique. Par conséquent, le stratifié résultant est une stratification hybride de fibres de verre et de thermoplastique renforcé de fibres de carbone. De plus, Warkentin et Crawley [97] ont tenté d'utiliser moins de couches de verre pour minimiser l'impact des éléments actifs sur la rigidité globale de la structure. Ainsi, un découpage dans le thermoplastique renforcé de fibres de verre et de carbone a été réalisé pour permettre le contact électrique entre les bornes des interconnecteurs et l'élément piézoélectrique.

Hagood et al. [95] ont utilisé aussi la méthode de découpage pour intégrer des transducteurs piézoélectriques PZT dans un composite stratifié à matrice polymère renforcée par de fibres de verre (GFRP). Ils ont créé une fente de dimension, à peu près, égale à la dimension de l'élément PZT. De plus, des fentes ont été réalisées dans les couches au-dessus et au-dessous de l'élément piézocéramique pour avoir une sortie des interconnecteurs vers les bords (Fig 1.7.). L'isolation

électrique du capteur piézoélectrique est assurée par une couche de polyamide entourant à la fois l'élément piézo-électrique et les interconnecteurs.

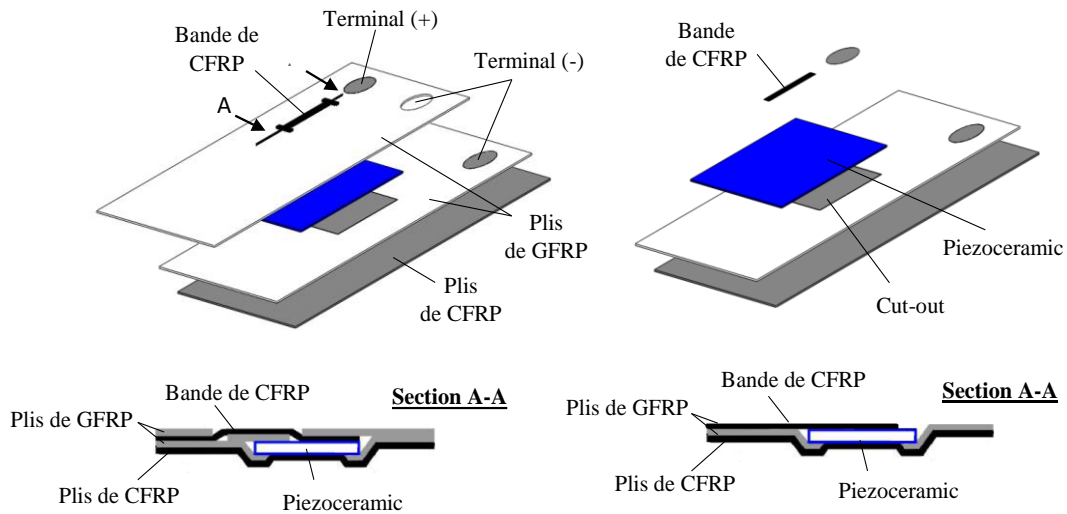


Figure 1. 6. Capteur piézo-céramique intégré dans le composite thermoplastique renforcé par de fibres de carbone. Elspass et al [94]

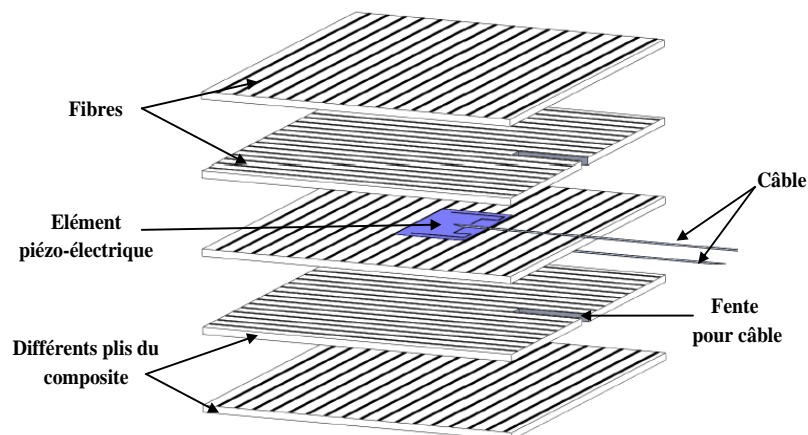
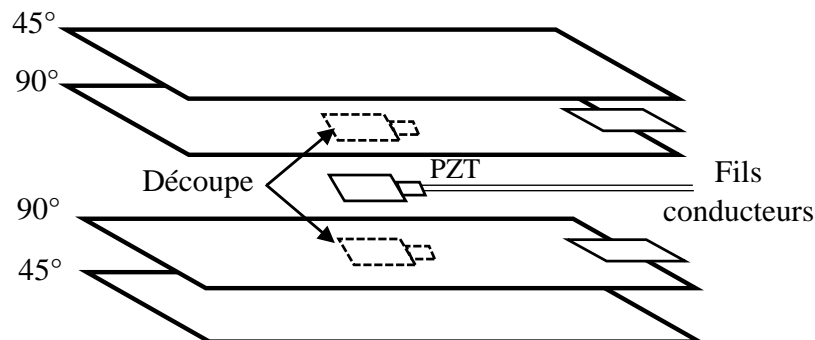


Figure 1. 7. Capteur piézo-céramique intégré dans un stratifié verre/époxy. Hagood et al [95]

Mall et Coleman [101] ont incorporé un élément piézo-céramique de forme cylindrique dans un composite stratifié époxy/fibres de verre (Fig 1. 8.). Les deux couches adjacentes au PZT ont été découpées pour éviter la déformation locale du stratifié autour du transducteur. Des interconnecteurs ont été soudés sur les faces de l'élément piézo-céramique. L'espace entre le transducteur piézo-céramique et le trou dans le composite a été rempli par de l'époxy. Dans ce cas, les exigences de température et de propriétés de liaison du transducteur, ainsi que les dimensions du transducteur piézo-céramique, sont moins sévères que pour le PZT utilisé par Elspass et al. [94] et Hagood et al. [95]. À cause de l'absence d'une fente pour les fils conducteurs, une petite bande de Kapton est placée sur le bord pour éviter d'endommager les fils conducteurs



et maintenir son emplacement central sur le bord. Dans cette étude, les essais de traction monotone ont montré que la résistance moyenne à la rupture et le module de Young de ce stratifié avec PZT provoquait une perte de 4%. Les durées de vie en fatigue de ce stratifié avec et sans PZT étaient très proches l'une de l'autre. Dans l'ensemble, les résultats de cette étude indiquent que l'inclusion de PZT dans une zone de coupe des couches à 90°, n'affecterait pas leur comportement mécanique.



*Figure 1. 8. Intégration d'un élément piézo-céramique de forme cylindrique dans un composite stratifié époxy/fibre de verre; Mall et Coleman [101]*

Bourasseau et al. [98] pensent que la méthode d'intégration des capteurs avec découpe est une source potentielle des défauts à cause de discontinuité interne de plusieurs plis qui peuvent engendrer une rupture des fibres. Pour cela, ils ont incorporé un transducteur piézo-céramique sans découper les couches du composite. Le transducteur est constitué d'un matériau de niobate de lithium et d'une paire d'interconnecteurs. Le niobate de lithium a été choisi pour sa haute température de Curie (1100 ° C). La connexion entre l'interconnecteur et l'élément piézo-céramique a été réalisée par un adhésif conducteur argent/époxy. L'isolation électrique entre l'élément piézo-céramique et le composite est assurée par deux films de polyamide (Fig 1.9.). Afin de mieux comprendre les dommages pouvant être présents par l'intégration d'un élément piézo-électrique dans un matériau composite, Bourasseau et al. [98] ont développé un modèle numérique par éléments finis, permettant de calculer la déformation d'une plaque carbone/époxy, instrumentée et non instrumentée, soumise soit à une flexion en trois points, soit à une charge uniforme. Les résultats obtenus montrent que les plaques instrumentées sont légèrement moins déformées que celles non instrumentées. Par conséquent, l'intégration du capteur augmente la rigidité en flexion des plaques.

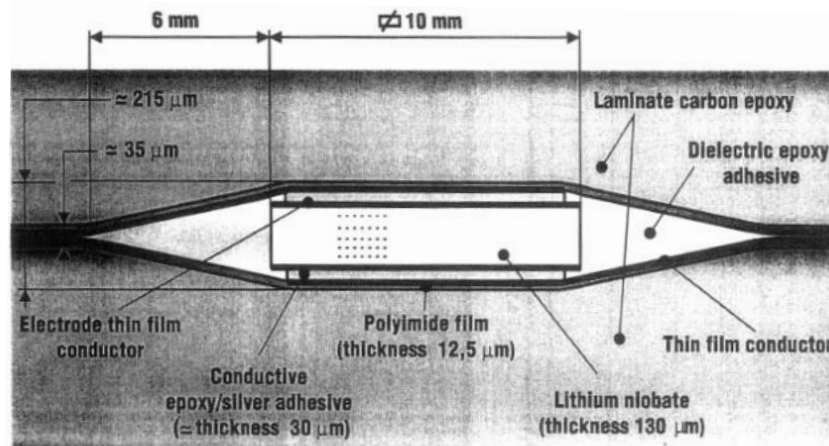


Figure 1. 9. Intégration d'un capteur piézocéramique sans découpe Bourasseau et al. [98]

Indépendamment de la technique d'intégration, le fait d'incorporer un corps étranger dans le matériau, une dégradation de ses caractéristiques mécanique peut être observée. Cette diminution est plus sévère si on choisit la mauvaise technique d'intégration. Le choix de la méthode d'intégration du capteur piézoélectrique dépend principalement du capteur lui-même (forme et dimension) et du champ de détection des défauts existants. Certains chercheurs montrent que l'intégration d'un dispositif avec la technique de découpage des fibres crée des discontinuités dans le matériau et provoque un effet significatif sur l'intégrité structurelle. En effet, des contraintes inters laminaires peuvent apparaître près de cette discontinuité ce qui entraîne une réduction de la capacité de charge de la structure. De plus, les contraintes inters laminaires affectent l'interface entre le capteur et le matériau. Hansen et Vizzini [102] ont montré que l'intégration d'un dispositif dans un matériau en utilisant la technique de découpe peut entraîner un délaminage et un amorçage des fissures autour du dispositif intégré, ce qui affecte défavorablement la performance de la structure hôte et la durée de vie en fatigue. Certains chercheurs ont montré que, quelle que soit la méthode d'intégration utilisée, l'insertion de capteurs au sein de composites n'affecte pas la structure composite. Par exemple, Mall [103] a fabriqué des stratifiées graphite/époxy intégrés par des PZT en utilisant les deux techniques avec et sans découpe. La première méthode consiste à placer le capteur dans une zone de découpe dans les deux plis moyens et la seconde consiste à l'insérer entre les deux plis moyens sans aucune découpe. Deux configurations ont été testées :  $[0/\pm 45/90]_S$  et  $[0/0/\pm 45/0/0/90]_S$  au moyen des essais monotones et de fatigue. Les résultats de ces tests ont montré que le module d'Young et la résistance mécanique à la traction ne sont pas affectés par l'intégration des capteurs, quelle que soit la méthode employée pour l'implémentation. En fatigue, il montre aussi qu'il n'y avait pas de dégradation de la durée de vie du matériau testé.

### 1.3. État de l'art sur le recyclage

Les matériaux composites renforcés par des fibres naturelles, à matrices thermodurcissables ou thermoplastiques, sont de plus en plus utilisés dans de nombreuses applications industrielles, sportives ainsi que dans le transport. Cependant, le recyclage est un défi majeur de ces matériaux en raison de leur structure hétérogène. La législation environnementale, à la fois en termes de limitation d'utilisation de ressources fossiles et en termes de réduction de l'impact de ces matériaux mis en décharge sur l'environnement, devient de plus en plus restrictive afin de chercher en urgence des solutions pour recycler les matériaux composites. Les méthodes traditionnelles de traitement de déchets consistent à la mise en décharges et l'élimination par incinération. De plus ce sont des solutions de gestion de déchets relativement coûteuses. Elles sont déconseillées par le système directif des déchets de l'Union européenne (UE) [104]. Ces méthodes sont déjà interdites en Allemagne et d'autres pays de l'UE devraient suivre ces voies.

En s'insérant au contexte, plusieurs techniques de recyclage ont été étudiées afin d'éviter les méthodes hostiles de gestion de déchets tels que le broyage, la pyrolyse, la solvolysse,...etc. Un aperçu complet de différentes méthodes de recyclage a été développé dans le livre de Goodship [105]. Dans ce chapitre, un résumé des différents procédés de recyclage des matériaux composites est développé avec les éléments bibliographiques nécessaires à l'étude de recyclabilité des matériaux utilisés dans notre étude.

#### 1.3.1. Contraintes de recyclage

La production des matériaux composites est en croissance continue pour remplacer l'usage des métaux dans nombreuses applications. Le volume du marché mondial des composites représente environ 7,6 millions de tonnes par an dont 24% en l'Europe (soit 1.8 million tonnes/an), chiffre 2005 [106]). Quelques exemples de domaines d'applications concernés sont : construction et le génie civil (30%), l'automobile et le transport (26%) ainsi que la construction sportive, les loisirs et marine (16%). La production annuelle en France est d'environ 300 000 tonnes [106]. Ce développement croissant génère également une forte augmentation de la quantité des déchets. Les sources courantes de déchets composites comprennent les déchets de fabrication, les outils de production et les éléments en fin de vie. Les chutes de fabrication présentent environ 40% de tous les déchets composites générés [107]. Le grand défi auquel est confrontée l'industrie des composites est la gestion de ces déchets en minimisant leur impact sur l'environnement. La valorisation de déchets composites est devenue strictement contrôlée par les évolutions réglementaires au niveau européen, et notamment en ce qui concerne la mise en décharge de ces matériaux. Une grande portion des déchets composites était stockée aux centres

d'enfouissements technique (CET). Cependant, depuis 2002 les CET n'acceptent de recevoir que des déchets ultimes définis comme «*résultant ou non du traitement d'un déchet qui n'est plus susceptible d'être traité dans les conditions techniques et économiques du moment, notamment par extraction de la part valorisable ou par la réduction de son caractère polluant ou dangereux* [106]». Plusieurs directives européennes ont été établies :

- *Directive européenne sur les conditions d'incinération (2000/76/EC)* : elle contrôle le niveau de récupération d'énergie. Les déchets de plastiques renforcés de fibres sont considérés et traités comme des déchets chimiques.
- *Directive européenne sur les Véhicules Hors d'Usage (VHU) (End-of-Life-Vehicles (ELV)) (2000/53/EC)*: cette directive définit les règles de démontage, réutilisation, recyclage et valorisation des composants/matériaux/énergie de véhicules en fin de vie. À partir de 2015, ces pourcentages passeront respectivement à 85% (réutilisation ou recyclage), 10 % (valorisation énergétique) et 5 % (mise en décharge).
- *Directive européenne cadre sur la gestion des déchets (Waste Framework Directive « WFD ») (2008/98/EC)* : elle présente les conditions de gestion des déchets ainsi que leur recyclage. Elle définit le recyclage comme étant «*toute opération de valorisation par laquelle les déchets de matériaux sont retraités en produits, matériau ou substance soit dans le processus de production d'origine, soit à d'autres fins. Cela inclut le retraitement des matières organiques, mais exclut la valorisation énergétique et la transformation en matériaux utilisés comme carburants*».

Ces lois réglementaires obligent les industriels et les chercheurs scientifiques à développer des filières de recyclage et la valorisation des matériaux composites. La figure 1.10. montre l'évolution des recherches, à partir du nombre d'articles publiés, dans le domaine du recyclage des composites [129].

### 1.3.2. Différentes technologies de recyclage

Différents procédés de recyclage et de valorisation des composites ont été développés par les industriels ainsi que les laboratoires de recherche. D'une manière générale, les principales technologies du recyclage peuvent être regroupées en trois grandes familles: les procédés mécaniques, thermiques et chimiques.

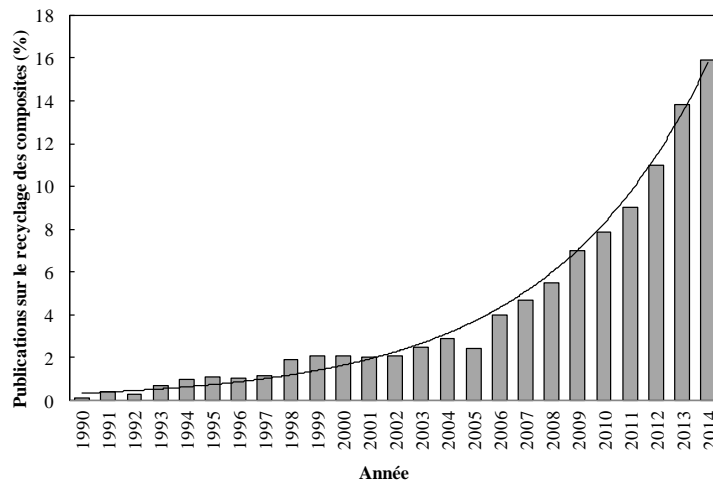


Figure 1. 10. Évolution du nombre des publications dans le domaine du recyclage des composites [108]

L'organigramme présenté par la figure 1.11. montre les différents procédés de recyclage développés au cours de ces dernières années. Ces procédés permettent d'avoir à la fois une valorisation matière ou énergétique de déchets des composites. La valorisation des matériaux composites est basée sur le réemploi, le recyclage ou toute autre action qui permettent, à partir des déchets, d'avoir des matériaux réutilisables ou de l'énergie. Le choix de la méthode de recyclage dépend du type de la matrice utilisée pour la fabrication du matériau composite : résine thermodurcissable ou thermoplastique. Les sections suivantes décrivent brièvement les différentes méthodes développées pour le recyclage des matériaux thermoplastiques ainsi que les thermodurcissables.

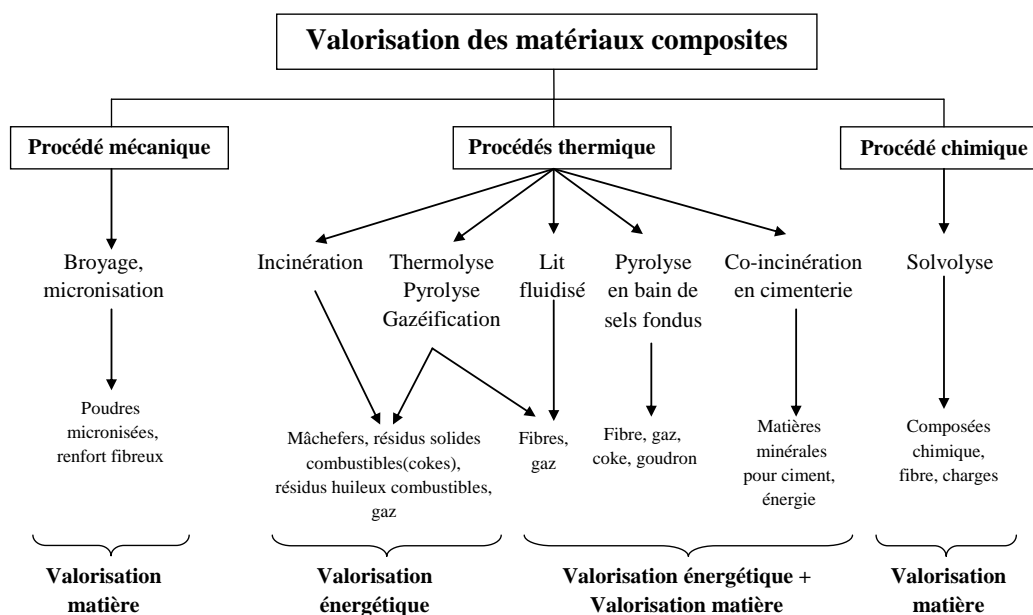


Figure 1. 11. Procédés de recyclage et de valorisation des matériaux composites [107]

### 1.3.2.1. Procédés mécaniques

Le recyclage mécanique est un procédé de valorisation en matière qui consiste à appliquer certaines opérations mécaniques aux déchets composites sans destruction de sa structure chimique [106], afin d'obtenir de nouveaux produits utilisables, soit pour des nouvelles applications, soit pour la même utilisation que la précédente [109].

Le broyage [110] est le principal type du recyclage mécanique. Au cours de cette opération, deux étapes permettant la réduction de taille des déchets composites sont réalisées. La première consiste à réduire leur taille initiale à des morceaux de 50-100 mm par une déchiqueteuse ou un broyeur primaire à basse vitesse. Cette étape permet aux déchets de subir les traitements ultérieurs dans de bonnes conditions ainsi que l'élimination des inserts métalliques. Le broyeur primaire permet d'obtenir un premier broyat constitué de fibres longues et de poudres. Ensuite, à l'issue du déchiquetage, la deuxième étape consiste à réduire le premier broyat en produits plus fins en utilisant un broyeur à marteaux à haute vitesse. Finalement, des opérations de tamisage sont réalisées permettant d'obtenir des produits sous forme pulvérulente par micronisation ou des fibres courtes. Dans ce processus mécanique, le produit final est présenté par l'ensemble des constituants d'origine (résines et fibres). Ce produit peut avoir trois formes : des poudres micronisées, des fibres composites courtes ou des fibres composites longues [111]. Il peut être réincorporé comme charges actives ou comme agents renforçant dans d'autres polymères thermoplastiques ou thermodurcissables.

A l'échelle industrielle, des installations opérationnelles de broyage sont développées par différentes sociétés [106]: Mixt Composites Recyclables (MCR) en France de capacité d'environ 3000 tonnes/an, ERCOM Composites Recycling en Allemagne capacité de 5000 tonnes/an, Phoenix Fiber glass au Canada, Filon Products Ltd. au Royaume-Uni. Tous ces industriels traitent principalement des composites renforcés de fibres de verre.

Au niveau de la recherche scientifique, Schiner et al. [112] ont étudié le recyclage des composites thermoplastiques renforcés de fibres de carbone par le procédé de broyage. Différentes fractions de composites broyés ont été utilisées comme matériau de renforcement. Le produit de résine vierge et les fractions recyclés sont obtenus à l'aide d'un processus de moulage par injection. Cette étude montre que l'injection de ces produits composites recyclés, avec un teneur de 50% en masse, est satisfaisante. Les propriétés mécaniques de ces composites recyclés présentent des valeurs comparables à celles obtenues avec l'injection des matériaux initiaux. Les fractions fibreuses obtenues après recyclage mécanique peuvent également être réincorporées dans les composites thermodurcissables, sans affecter les caractéristiques

mécaniques, lorsqu'elles sont combinées avec des fibres vierges (50% de fraction massique). Morin et al. [113] ont montré que lorsque la teneur en fibres recyclées atteint 100%, les propriétés de nouveaux composites sont dégradées. Palmer [114] a appliqué le procédé de recyclage mécanique à un matériau thermodurcissable renforcé par des fibres de verre. Une dégradation importante des caractéristiques mécaniques (entre 18 % et 30 %) a été observée pour les fibres de verre recyclées par rapport aux fibres vierges. Le procédé de recyclage mécanique a été aussi développé par Roux et al. [115]. Ils proposent un nouveau procédé, appelé fragmentation à haute tension, pour broyer un matériau thermoplastique renforcé par des fibres de carbone. Cette technique consiste à appliquer une haute tension (entre 50-200 kV) entre deux électrodes positionnées dans l'eau dans lesquelles le composite est placé. Leurs résultats montrent une réduction de 20% des propriétés mécaniques des composites recyclés par rapport au matériau initial.

Le recyclage mécanique présente quelques avantages, car il permet le recyclage des composites thermoplastiques ainsi que les thermodurcissables en récupérant à la fois les fibres et les résines. Les produits obtenus sont des granulés réintégrant dans d'autres cycles de fabrication, telle que l'injection, l'extrusion et thermocompression. Mais, le recyclage mécanique n'est pas toujours rentable. Dans certains cas, construire une nouvelle unité de recyclage des déchets composites demande beaucoup de moyens.

#### 1.3.2.2. Procédés thermiques

Le traitement thermique des déchets repose sur des technologies différentes, dont certaines permettent la valorisation énergétique ainsi qu'une valorisation matière partielle de résidus générés. Parmi les plus employées on trouve : l'incinération et la pyrolyse (ou thermolyse) [106].

**L'incinération** est un procédé de valorisation énergétique qui concerne les déchets non recyclables et non valorisables biologiquement comme les composites thermodurcissables à fibres de verre. Il consiste à mettre les déchets utilisés comme combustibles dans des incinérateurs où se produit une combustion aussi complète que possible pour produire de la chaleur et de l'électricité. Les cimenteries utilisent les déchets composites comme des combustibles de substitution dans leurs fours à clinkers. En effet, le traitement en cimenterie permettrait de réaliser à la fois un recyclage matière des charges minérales et une valorisation énergétique de la partie organique [116]. La co-incinération des déchets en cimenterie est une filière de valorisation des déchets qui a des avantages économiques et environnementaux, mais qui pose plusieurs questions, notamment en matière de qualité des émissions atmosphériques et de transfert de déchets.

La **pyrolyse (ou thermolyse)** consiste à appliquer des traitements thermiques aux déchets composites sous conditions de températures contrôlées (400 à 750°C) et en l'absence d'oxygène (ou en présence d'une quantité réduite d'oxygène) afin de décomposer les macromolécules des polymères pour récupérer les renforts. La dégradation des déchets polymères donne lieu : un sous-produit solide composé de fibres et de résidus carbonés (« char » de pyrolyse ou thermolyse), l'issu de la décomposition de la résine est un produit gazeux composé d'une partie huile hydrocarbonée (partie condensable) et d'un gaz léger (non condensable. La fraction gazeuse non condensable est principalement constituée d'hydrogène, monoxyde de carbone, dioxyde de carbone et méthane. Le contrôle de la température et du temps de maintien des composites dans le réacteur de pyrolyse est important pour la dépolymérisation complète de la matrice, ainsi que pour la propriété et la qualité des fibres récupérées. Le procédé de pyrolyse peut être effectué dans différents types de réacteurs : réacteur à lit fixe, four tournant ou réacteur à lit fluidisé [24].

Le procédé de pyrolyse a été utilisé aussi par Cunliff et al. [117] pour recycler plusieurs types de composites. Des éprouvettes de résines polyester, phénoliques, époxy et polypropylènes renforcés par des fibres de carbone et de verre, ont été étudiées dans un réacteur à lit fixe. Différentes températures de pyrolyse ont été utilisées (entre 350 à 800°C). La température finale a été maintenue pendant 60 minutes. Les résultats montrent que le bilan massique et la composition des gaz sont dépendants de la résine et de la température de pyrolyse. A des températures plus élevées, la décomposition des charges thermiquement instables (telles que le carbonate de calcium présent dans plusieurs échantillons) a eu lieu.

De nombreux dispositifs de recyclage thermique ont été développés ; citant par exemple, la pyrolyse en bain de sels fondu et le lit fluidisé. Le principe de la technique du «lit fluidisé » est de réaliser la combustion des produits solides dans un lit de matériaux inertes avec l'injection d'air chaud.

Les rejets thermiques provenant des processus des traitements thermiques de déchets sont devenus aujourd'hui une source d'énergie dont l'importance est en croissance continue. Mais ces technologies restent polluantes et nocives pour la santé à cause de la formation de cendres et de résidus polluants en sortie du traitement.

### **1.3.2.3. Procédés chimiques : Dépolymérisation par Solvololyse**

Ce procédé permet la valorisation matière de déchets composites. Il est basé sur la technique de la dépolymérisation par solvololyse. Le principe consiste à traiter les déchets composites par un solvant réactif (alcool, l'eau, glycol, acide) qui dépolymérise la matrice polymère en coupant les liaisons intermoléculaires. Cette opération permet la récupération de



fibres courtes ou semi longues et la valorisation de la résine sous forme d'un liquide organique composé d'un mélange de monomères et le solvant en excès.

De nombreuses études ont été réalisées sur la dépolymérisation chimique des polymères. Parmi les premières études est celle de Yoon et al. [118]. Ils appliquent le procédé de solvolysé sur des résines polyester en utilisant le propylène glycol comme solvant. Par la suite, ce procédé de recyclage est de plus en plus étudié sous différentes conditions et en appliquant de nombreux types de solvant afin de dégrader les matrices des composites thermoplastiques ou thermodurcissables [119].

Généralement, le recyclage par solvolysé peut être réalisé à basse température ou en conditions quasi critiques ou supercritiques. Le solvolysé à basse température (<200°C) est usuellement effectué à basse pression atmosphérique avec l'ajout des catalyseurs et additifs pour activer la réaction de dépolymérisation de la matrice. En général, la solvolysé à basse température est effectuée à pression atmosphérique. Pour compenser ces faibles températures, des catalyseurs et additifs sont usuellement employés pour activer la réaction de dégradation de la matrice organique.

Lui et al. [120] ont appliqué le procédé de solvolysé sur un composite époxy renforcé de fibres de carbone à une température de 90°C et en utilisant une solution d'acide nitrique de concentration 8 mol/l. les résultats montrent que les fibres de carbone récupérées subissent un taux de dégradation de 1,1% de leur résistance mécanique par rapport aux fibres vierges. La résine obtenue après recyclage a été décomposée en monomères de faible poids moléculaire.

L'avantage majeur de la méthode de solvolysé est la possibilité d'utiliser des températures faibles tout en gardant des propriétés intéressantes des matières récupérées. Néanmoins, certains solvants peuvent être agressifs et présentent des impacts néfastes sur l'environnement. Pour cela, un autre milieu réactionnel a été développé pour éviter l'utilisation des solvants toxiques. De ce fait, afin de recycler les matériaux composites, un fluide quasi critique ou supercritique est apparu. En raison des propriétés des solvants utilisés, la solvolysé en condition quasi ou supercritique a suscité de plus en plus d'intérêt. Le nom de fluide supercritique est lié aux fortes températures et pressions appliquées sur le solvant qui présente des propriétés intermédiaires entre les liquides et les gaz. Il est considéré comme un bon milieu réactionnel [113]. L'eau et les alcools sont les solvants les plus utilisés pour dépolymériser les composites à matrice organique en conditions quasi critiques ou supercritiques. Des catalyseurs de bases alcalines (NaOH et KOH) sont souvent employés et ajoutés au mélange pour accélérer le processus de dégradation de la matrice. L'eau sous des conditions supercritiques ( $T_c = 374$  °C et  $P_c = 221$  bars) a été utilisée pour le traitement

de polymère renforcé de fibres de carbone par plusieurs chercheurs tels que Okajima et al. [121], Tagaya et al.[122] et Pinero-Hernanz et al.[123].

Par exemple, Pinero-hernanz et al. [123] ont étudié le recyclage des composites époxy renforcés à fibres de carbone par le procédé de solvolysse supercritique en utilisant de l'eau sous critique à 100-140 bars et 300-400°C. Les résultats montrent un taux d'élimination de la matrice entre 48 et 62%. Ce taux d'élimination est augmenté jusqu'à 95% en utilisant de l'hydroxyde de potassium comme catalyseur. Cependant, une perte importante de la résistance mécanique des renforts récupérés a été observée (environ 10%).

A l'échelle industrielle ou semi-industrielle, quelques projets utilisant le procédé de solvolysse ont été développés, citant : Adherent Technologies Inc (ATI) [124] aux États-Unis, qui dispose d'une technologie combinant la pyrolyse et le solvolysse ; Panasonic Electric Works au Japon avec un procédé d'hydrolyse de capacité de recyclage de 200 tonnes/an et Innoveox en France avec une technologie d'oxydation hydrothermale en milieu supercritique [119].

Le procédé de solvolysse permet de garder des propriétés mécaniques intéressantes des fibres récupérées et aussi une valorisation matière de la résine. Mais, en cas d'utilisation de solvants dangereux, l'impact environnemental de ce procédé n'est plus possible. De plus, l'un des inconvénients du recyclage des composites par solvolysse est que la matrice récupérée n'est pas parfaitement pure. Le produit récupéré est composé d'un mélange de molécules très diverses, disséminées dans un milieu aqueux, à des concentrations unitaires faibles.

### **1.3.3. Recyclage des matériaux biocomposites thermoplastiques**

Aujourd'hui les matériaux composites renforcés de fibres de verre ou de carbone sont très largement utilisés dans la construction nautique, dans l'automobile et dans l'aéronautique grâce à leurs propriétés mécaniques spécifiques. Ces matériaux sont issus de ressources non renouvelables alors qu'ils peuvent émettre des composés organiques volatils lors de leur transformation. Les nouvelles directives réglementaires de l'environnement obligent les industriels et les chercheurs à trouver une solution alternative aux composites usuels. Cette alternative repose sur le développement des matériaux biocomposites, élaborés avec une matrice thermoplastique recyclable et des fibres biosources issues de ressources renouvelables [125, 126, 127, 128].

Les technologies de recyclage mentionnées précédemment ont été appliquées sur des composites biosourcés. Ces matériaux présentent des caractéristiques plus sensibles à la dégradation thermomécanique. Parmi les études qui traitent le recyclage des composites polymères renforcés de fibres naturelles, on peut citer : Bourmaud et Baley [129], Srebrenkoska

et al. [130], Arbelaiz et al. [131], Hammiche et al. [132] et Moreno et al. [133]. Par exemple, Bourmaud et Baley [129] ont étudié l'effet de recyclage sur le comportement mécanique et thermophysique du polypropylène (PP) renforcé de fibres courtes de chanvre et de sisal. Ils observent, après sept cycles de recyclage du composite PP/Sisal, une diminution du module de traction et de la résistance mécanique d'environ 10% et 17% respectivement. Tandis que ceux du composite PP/chanvre restent à peu près stables. Ces résultats ont été justifiés par la réduction plus rapide de forme de la fibre de sisal en fonction du recyclage comparé à celui de la fibre de chanvre. Dans une autre étude, Srebrenkoska et al. [130] ont constaté une stabilité du module de flexion des composites PP/coques de riz après deux cycles de recyclage alors que celui du composite PP/kénaf subit une augmentation d'environ 20%. Arbelaiz et al. [131] ont montré que, après trois cycles de recyclage, les propriétés de traction du composite PP/lin présentent une légère diminution par rapport à celles des matériaux non recyclés.

Une étude comparative de l'effet du recyclage sur le composite PP/chanvre et le composite PP/verre a été réalisée aussi par Bourmand et Baley [129]. Ils ont constaté un effet de recyclage plus important dans le cas du composite renforcé par des fibres de verre que celui renforcé par des fibres de chanvre. En effet, la résistance mécanique, le module d'Young et la déformation à la rupture du PP/verre subissent une variation de -52%, -40% et +34,2% respectivement après 7 opérations de recyclage. Cependant, pour le composite renforcé de fibres de chanvre, ces propriétés ne varient que de +1,81%, -0,66% et +22,3%, respectivement. De plus, l'effet du recyclage mécanique sur un composite polypropylène renforcé de fibres de verre a été étudié par Colucci et al. [134]. Leurs résultats montrent qu'après un cycle de recyclage, le module de traction, la résistance à la traction et la résistance à la flexion diminuent de 8,5%, 23,8% et 27,5% respectivement. Le tableau 1.7. résume quelques travaux de l'effet du recyclage sur les propriétés mécaniques des composites. D'après ces études, on peut constater que les composites biosourcés peuvent mieux supporter le recyclage mécanique que le composite à fibres de verre par exemple. Ces études montrent que le recyclage des composites biosourcés, dans certains cas, pourrait être prometteur grâce aux faibles variations de leurs propriétés mécaniques. Dans ce contexte, l'effet du recyclage sur les propriétés de traction (statique et fatigue) et dynamique du composite constitué de la résine Elium renforcée par des fibres de lin sera étudié dans cette thèse. A notre connaissance, il n'y aucune étude qui traite le recyclage de la résine Elium renforcée des fibres végétales. Néanmoins, peu d'études se sont focalisées sur l'influence des procédés de recyclage sur le comportement mécanique des composites fabriqués avec cette résine et renforcée de fibres synthétique de verre.

**Tableau 1. 7. Effet du recyclage sur les propriétés mécaniques des composites thermoplastiques biosourcés, analyse bibliographique**

Matrice	Renfort	Nombres de recyclage	Propriétés mécaniques	Références
PP	–	5	Module d'Young, limite élastique et déformation à la rupture : évolutions constantes avec le nombre de recyclage	[135]
PP	–	7	Module de traction : -13,5% Contrainte à la rupture : -6,13% Déformation à la rupture : -36.1%	[129]
PP	Sisal (30wt%)	7	Module de traction : -10% Contrainte à la rupture : -17% Déformation à la rupture : +8,9%	[129]
PP	Chanvre (30wt%)	7	Module de traction : -0,66% Contrainte à la rupture : +1,81% Déformation à la rupture : +22,3%	[129]
PP	Verre (30wt%)	7	Module de traction : -40% Contrainte à la rupture : +52,5% Déformation à la rupture : +34,2%	[129]
PP	Coques de riz (30wt%)	2	Contrainte de flexion : -10% Module de flexion : -2%	[130]
PP	Kenaf (30 wt%)	2	Contrainte de flexion : -5% Module de flexion : +20%	[130]
PP	Lin	4	Légère diminution de propriétés de traction	[131]
PP	Verre	1	Module d'Young : -8,5% Contrainte de traction : -23,8% Contrainte de flexion : -27,5%	[134]
PVC	Alfa	4	Contrainte de traction : +5,7% Module d'Young : +12,5%	[132]

Cousins et al. [136] ont étudié la faisabilité du recyclage des composants de pales d'éoliennes en composites fabriquées à partir de résine Elium renforcées de fibre de verre. Quatre méthodes de recyclage ont été examinées : le broyage mécanique, la décomposition thermique de la matrice polymère (pyrolyse), le thermoformage et la dissolution. Ils montrent que la décomposition de la matrice polymère nécessite relativement peu d'énergie dans le processus de pyrolyse par rapport aux autres techniques de récupération. L'inconvénient de ce procédé est la

détérioration et la perte du polymère à haute énergie. En revanche, ils ont montré que la dissolution permet de récupérer à la fois la résine thermoplastique et la fibre de verre en pleine longueur. Leurs résultats prouvent que les fibres de verre, récupérées d'une pièce composite par dissolution, conservent une résistance à la traction égale à 160 N/g (force normalisée par la masse de fibres) et ne présentent qu'une rigidité réduite de 12% par rapport au matériau vierge. De plus, Cousins et al [136] ont constaté que le matériau présente de meilleures propriétés mécaniques après le processus d'injection et de broyage. Le matériau devient plus rigide (12 GPa au lieu de 10 GPa) et plus résistant (150 MPa au lieu de 84 MPa) que le matériau vierge. Cette étude montre également que les pales des éoliennes peuvent être transformées en d'autres produits par thermoformage comme les planches à roulettes.

Les études mentionnées précédemment montrent qu'il est possible de recycler les composites thermoplastiques renforcés de fibres naturelles par plusieurs technologies, telles que les procédés de recyclages mécaniques (principalement le broyage), pyrolyse, solvolysse et autres procédés thermiques [119].

Notre intérêt se porte particulièrement sur une méthode de recyclage basée sur un procédé thermocompression. Cette technique, qui sera présentée dans le paragraphe suivant, s'inspire des projets réalisés ces dernières années dans les processus de mise en œuvre de préimprégnés thermoplastiques découpés. Il consiste à remouler les déchets composites en utilisant l'action combinée de la température et de la pression.

#### **1.3.4. Recyclage par thermocompression**

Le recyclage par thermocompression est un procédé très productif qui permet d'emboutir des composites thermoplastiques. Il permet d'obtenir des pièces recyclées par compression des matériaux entre deux plaques chaudes à des pressions bien déterminées [137]. Ce procédé est le moins énergivore parmi les procédés de recyclage des composites thermoplastiques. De plus, c'est une technique qui, à l'exception de la pression ou la température, ne nécessite aucune autre sollicitation (cisaillement, flexion...etc.). Enfin, c'est un procédé qui peut permettre d'avoir une variété d'épaisseurs de pièces recyclées à une cadence relativement élevée. C'est donc le procédé qui sera utilisé et étudié dans le cadre de cette thèse.

Le procédé de fabrication par thermocompression dépend de trois paramètres : la pression, la température ainsi que le temps de maintien. Dans la littérature, plusieurs études s'intéressent à l'effet de ces paramètres sur la qualité du composite fabriqué. Le tableau 1.8. résume quelques études bibliographiques qui traitent les paramètres de mise en œuvre d'écomposites par thermocompression. Il montre une grande diversité des paramètres utilisés pour thermoformer

les éco-composites. La température de fabrication varie de 170°C à 230°C, le temps de maintien de 1 à 20 minutes et la pression de 0,5 à 10 MPa.

*Tableau 1. 8. Paramètres de mise en œuvre par thermocompression d'éco-composites : résumé de quelques études bibliographiques*

Matériaux composites	Température (°C)	Temps de maintien (min)	Pression (MPa)	Références
Renfort sec de lin / PA11 Film stacking / poudre	190, 200 et 210	1 ou 2	3, 4, 6, 8 ou 10	[146]
Renfort préimprégné de lin / PP	180	2	10	[138]
Renfort sec de lin / PLLA Film stacking	190	1	2	[139]
Renfort sec de lin / PLA Film stacking	180	3	10	[140]
Renfort sec de chanvre / PP Film stacking	195	4	5,5	[137]
Renfort sec de lin / PP	190	20	0,5	[141]
Renfort sec de lin / PP Film stacking	190	15	4	[142]
Renfort préimprégné de lin / PP	190, 200 et 210	3,5 ou 5		[143]
Renfort sec de Jute / PP	205	9	0,5	[144]
Renfort préimprégné de chanvre / PLA	170, 190, 210 et 230	4 ou 8	1 ou 3	[145]

Tout d'abord, il faut noter que du fait de la température de fusion élevée des thermoplastiques, un temps de maintien court devra être imposé afin d'éviter la dégradation thermique des fibres naturelles. Desting [146] a montré que les fibres de lin peuvent être exposées à 200 °C pendant 5 minutes ou à 160 °C pendant 30 minutes sans modifier leurs propriétés. Ochi [147] a étudié l'effet de la température sur les propriétés mécaniques du composite PLA renforcé de fibres unidirectionnelles de kenaf. Il a montré que la température optimale de fabrication est de 160°C. Une température plus élevée (180°C) entraînait une perte de propriétés en traction qui est liée à la dégradation des fibres de Kénaf. De plus, Bernard et al. [148] ont

étudié l'effet de la température sur les caractéristiques mécaniques des composites biosourcés renforcés de fibres de kénaf. Différentes températures ont été testées : 190°C, 200°C, 210°C, 220°C, 230°C et 240°C. Une tendance inverse à celle d'Ochi [147] a été observée : une augmentation de la température de fabrication entraîne de meilleures propriétés mécaniques. Grâce à des observations microscopiques, ils ont justifié leurs résultats par le manque d'imprégnation des fibres par la matrice à basse température. Alors qu'à 230 et 240°C une meilleure adhésion fibre/matrice a été observée. Des analyses mécaniques en dynamiques ont été aussi réalisées dans cette étude. Les auteurs observent une augmentation de l'angle de perte qui caractérise la qualité de l'interface.

Takagi et al. [149] ont examiné l'effet de la pression sur des biocomposites renforcés par des nanofibres de cellulose. Ils ont remarqué une augmentation de la résistance à la flexion et du module avec l'augmentation de pression de fabrication. Des pressions plus élevées entraînent une meilleure cohésion entre les fibres et la matrice. Rassmann et al. [150] ont constaté le même résultat : une pression plus élevée permet une réduction des porosités et par conséquent une augmentation de la résistance à la traction et à la flexion. C'est aussi ce que constate Wakeman et al. [151] : en augmentant la pression de 10 à 40 bars, une diminution de 1% de taux de porosité a été observée.

Kobayashi et al. [145] ont reporté la variation de taux de porosités d'un composite biosourcé renforcé de fibre de chanvre en fonction des paramètres de production. Ils ont constaté une augmentation du taux de porosité avec la température. Cette évolution a été expliquée par la dégradation de la cellulose à haute température qui dégagerait un gaz et créait par conséquent du vide au sein du composite. Une diminution de la contrainte à la rupture a été observée pour une température de 210°C alors qu'une augmentation a été reportée pour une température entre 170°C et 190°C. Cela s'explique par la dégradation thermique des hémicelluloses des fibres à haute température [152]. C'est aussi ce que remarque Madsen et al. [153]. Outre l'effet de la température, il constate également que la contrainte est affectée par la pression et le temps de maintien.

Une autre étude, publiée par Takemura et Minekage [154], qui s'intéresse à l'effet du moulage sur les propriétés de traction d'un composite biodégradable renforcé de fibres de chanvre. Les résultats montrent une meilleure résistance à la traction avec une température de moulage de 180°C appliquée pendant 20 minutes. Plackett et al. [155] ont observé de meilleures propriétés en traction du composite PLA/Jute avec un temps de maintien plus court et une meilleure cohésion entre fibres et matrice à haute température. Kiran et al. [156] ont étudié l'effet

de la pression sur la résistance à la traction des composites PLA/Jute. Une résistance maximale est observée à 50 bars. Une réduction de la résistance s'est produite pour des pressions de mise en œuvre plus élevées à cause de l'endommagement des fibres.

Moothoo et al. [157] ont utilisé la technique de recyclage par thermocompression sur des déchets de production de stratifiés tissés de polypropylène (PP) renforcés de fibres verre avec un taux de 47%. Une pression de 30 bars et une température de 200°C ont été appliquées pour la fabrication du composite recyclé. Les résultats montrent une réduction très significative de la contrainte à ruptures (environ 49%) par contre les valeurs de module sont peu affectées (environ 8% de réduction). La baisse de la contrainte a été expliquée par le méso structure du matériau recyclé dans lequel des discontinuités et des zones riches en résine sont présentes. Dans la littérature, Bahlouli et al. [158] traitent les effets du recyclage sur les propriétés mécaniques et physiques des composites à base de polypropylène. Ils observent dans leurs travaux que les propriétés rhéologiques et mécaniques ont été affectées par le processus thermomécanique. Leurs résultats montrent que le matériau subit une diminution de la contrainte de rupture, de l'énergie de choc ainsi que du poids moléculaire. Ils expliquent ces résultats par la succession des chaînes de scission du polymère. La thermocompression est une technique caractérisée par une phase de compactage pendant laquelle le polymère cristallisera à haute pression. Des études concernant le recyclage de la matrice seule peuvent être identifiées dans la littérature comme Aurrekoetxea et al. [159] et Guerrica et al. [135]. D'une part, ces auteurs rapportent que cinq cycles de recyclage sont nécessaires pour observer une perte significative des propriétés mécaniques. D'autre part, une augmentation de la limite d'élasticité et du module d'Young en fonction de nombre de recyclages a été signalée. Ils expliquent cette amélioration par l'augmentation de la vitesse de cristallisation avec recyclage.

#### **1.4. Conclusions**

Ce chapitre présente une analyse bibliographique effectuée afin de se familiariser avec les matériaux biocomposites recyclables et leurs mécanismes d'endommagement. Tout d'abord, des généralités et notions principales relatives aux biocomposites sont présentées. Puis des définitions des matériaux composites intelligents et des différents éléments qui les constituent sont données. Une revue de la littérature concernant les fibres naturelles, les matrices recyclables et les capteurs d'implant piézoélectrique est proposée. Nous avons aussi mis en évidence l'importance de la technique d'Emission Acoustique (EA) permettant le suivi et le contrôle de santé structurale au cours du cycle de vie des composites. Ainsi, des études de la littérature sur les principaux mécanismes d'endommagement détectés des matériaux biocomposites sont rappelées. Les



différentes techniques d'implant piézoélectrique et la méthode de contrôle santé intégré sont aussi présentées dans ce chapitre. Finalement, un état de l'art des principales méthodes de recyclage des matériaux composites est donné.

Le but de ce chapitre est de constituer une base de connaissances qui permettra par la suite le choix des différents constituants du composite intelligents biosourcés, le développement de la méthode d'implant piézoélectrique ainsi que la définition du procédé de recyclage. Les chapitres suivants seront consacrés à une analyse plus approfondie via des essais mécaniques en statique, en fatigue cyclique et en vibration.

# CHAPITRE 2. MATÉRIAUX ET PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES

## Sommaire

2.1. Sélection des constituants.....	52
2.1.1. Critères de sélection.....	52
2.1.2. Choix des constituants .....	52
2.1.2.1. Choix des fibres.....	52
2.1.2.2. Choix de la matrice .....	55
2.1.2.3. Choix du capteur d'émission acoustique.....	56
2.2. Procédés de mise en œuvre.....	57
2.2.1. Mise en œuvre des composites intelligents par LRI .....	57
2.2.2. Procédés de recyclage de déchets composites.....	60
2.3. Protocoles expérimentaux .....	62
2.3.1. Essais de traction statique .....	62
2.3.2. Essais de traction en fatigue .....	63
2.3.2.1. Essais de fatigue par contrôle de force.....	64
2.3.2.2. Essais de fatigue par contrôle de déplacement.....	65
2.3.2.3. Calcul de l'amortissement en fatigue .....	65
2.3.3. Analyse des mécanismes d'endommagements par la technique d'EA .....	66
2.3.4. Essais de vibration .....	70
2.3.4.1. Protocole expérimental.....	70
2.3.4.2. Calcul des propriétés dynamiques par la méthode de la bande passante à -3dB .....	71
2.3.4.3. Analyse par élément finis du comportement dynamique des composites recyclés..	72
2.3.4.3.1. Présentation du modèle éléments finis .....	72
2.3.4.3.2. Calcul des fréquences propres .....	73
2.3.4.3.3. Détermination du facteur de perte par une approche énergétique .....	73
2.4. Conclusions.....	75

## Résumé

Ce chapitre est consacré à une présentation de la méthodologie de sélection et du choix des constituants du composite de notre étude. Le choix des constituants doit permettre la réalisation d'un matériau intelligent, biosourcé et recyclable présentant des propriétés mécaniques spécifiques intéressantes. Ainsi, le choix du renfort est porté sur les fibres de lin pour la réalisation des composites biosourcés grâce à leurs excellentes propriétés mécaniques et vibratoires. La matrice utilisée est une résine thermoplastique innovante Elium. Cette dernière n'est pas biosourcée, mais elle est potentiellement recyclable et compatible avec des procédés d'infusion ou d'injection habituellement réservés aux résines thermodurcissables grâce à sa faible viscosité. Le choix du capteur est porté sur le piézo-céramique PIC255 qui présente des caractéristiques élevées, notamment la température de curie, la permittivité, le facteur de couplage ainsi que la constante de charge. Les procédés de mise en œuvre ainsi que les différents protocoles expérimentaux utilisés sont également présentés. Tout d'abord, le procédé d'infusion de résine LRI (Liquid Resin Infusion) est utilisé pour la fabrication des biocomposites intelligents. Par la suite, les procédés permettant la récupération des capteurs en fin de cycle de vie ainsi que le recyclage des déchets de la résine et des composites sont développés. La méthode de recyclage est basée sur la technique de thermocompression. Finalement, les protocoles expérimentaux des essais de traction (statique, fatigue), des essais d'Emission Acoustique (EA) ainsi que des essais de vibration sont détaillés.

## 2.1. Sélection des constituants

### 2.1.1. Critères de sélection

Plusieurs critères ont été utilisés pour effectuer le choix du composite biosourcé instrumenté par capteurs. Les fibres, la résine ainsi que les capteurs doivent aboutir à un composite recyclable et possédant des caractéristiques spécifiques élevées. Tout d'abord pour les fibres et la résine, les propriétés spécifiques ont été étudiées. En effet, ces constituants doivent apporter au composite des propriétés mécaniques intéressantes toutes en gardant la légèreté et la flexibilité de la structure. Les fibres, par exemple, seront choisies dans le but d'obtenir une rigidité et une résistance en traction élevées. De plus, les renforts biosourcés et biodégradables seront privilégiés. Pour la résine, le choix doit permettre la fabrication d'un matériau composite respectueuse de l'environnement et potentiellement recyclable. Ce type de matériau doit donner la possibilité de séparation des capteurs intégrés en fin de cycle de vie du composite et doit permettre leur réutilisation. Des résines partiellement voire non biosourcées pourront être prises en compte. Nous nous intéresserons donc dans ce cas à leurs possibilités de recyclage et/ou à leur caractère innovant. De plus, des fonctionnalités supplémentaires des résines telles que les propriétés élastiques, les propriétés vibratoires et le coefficient d'isolation thermique pourront être considérés. Finalement, le choix du capteur d'EA à intégrer est un compromis entre sa qualité de détection, sa performance piézoélectrique, sa facilité d'implémentation, sa compatibilité avec la structure composite et sa disponibilité.

### 2.1.2. Choix des constituants

#### 2.1.2.1. Choix des fibres

En considérant le diagramme des choix des matériaux «Ashby», donné par le logiciel CES Edupack, qui présente la rigidité spécifique en fonction de la résistance (grandeurs normalisées par la masse) des fibres naturelles les plus couramment utilisées (Fig 2.1.), on remarque que les fibres naturelles de chanvre et de lin présentent des propriétés comparables à celles des fibres de verre. Ces fibres sont privilégiées en raison de leur culture importante en Europe et plus précisément en France. Généralement, les fibres de chanvre sont très employées pour la fabrication de composites renforcés de fibres courtes. Par contre, les fibres de lin sont disponibles avec des longueurs plus importantes et une vaste gamme de tissus unidirectionnels et multiaxiaux. Par conséquent, les fibres de lin ont été choisies dans le but de réaliser des composites performants renforcés de fibres longues.

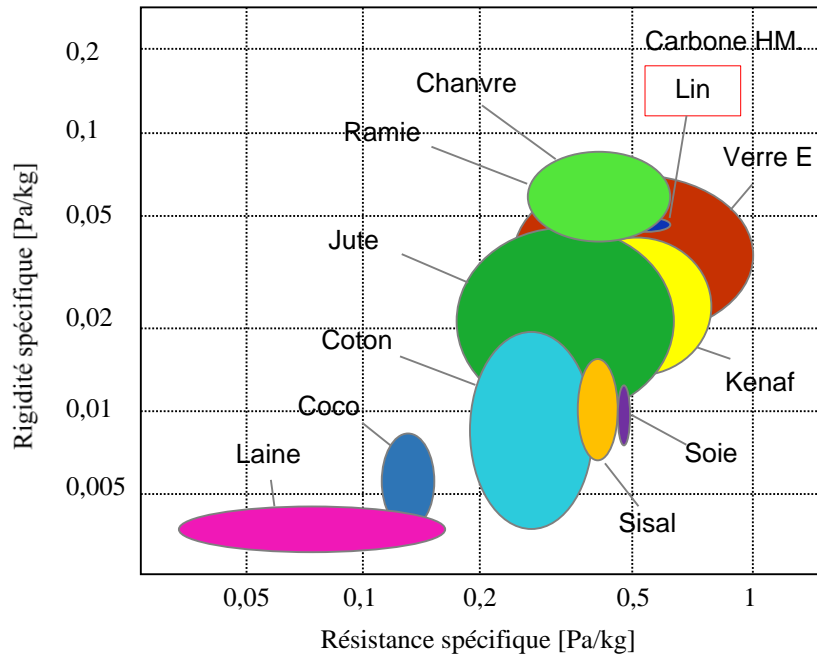


Figure 2. 1. Carte de sélection des fibres de renfort « diagramme d'Ashby »

Les fibres végétales possèdent une microstructure très particulière grâce à leurs bonnes propriétés spécifiques. Elles sont constituées d'un assemblage concentrique de nombreuses couches de matière organique, principalement de la cellulose, de l'hémicellulose, des lignines, des pectines ainsi que quelques traces de cires [160]. La figure 2.2. présente l'architecture d'une fibre végétale.

À partir de cette architecture, on remarque une paroi primaire très fine (P) qui entoure la paroi secondaire subdivisée en trois couches (S1, S2, S3). Les parois de la fibre végétale sont constituées de microfibrilles de cellulose imprégnées dans une matrice d'hémicellulose. Dans le cas de fibre de lin, ces microfibrilles sont initialement orientées d'un angle de  $10^\circ$ . Cette microstructure est à l'origine des performances mécaniques intéressantes de la fibre. Ainsi, le comportement en traction des fibres naturelles est étudié par plusieurs auteurs [161, 162]. Les résultats montrent une évolution non linéaire des contraintes en fonction de déformation de ces fibres. Le comportement en traction est caractérisé par une baisse de la rigidité survenant pour un faible niveau de contrainte/déformation, suivie d'une augmentation de celle-ci avant un comportement quasi linéaire jusqu'à la rupture. Cette évolution non linéaire est expliquée par le fait que les microfibrilles de cellulose subissent une réorientation progressive au cours de l'essai. Il est également observé que les propriétés mécaniques des fibres de lin présentent une forte dépendance de l'angle formé initialement par les microfibrilles.

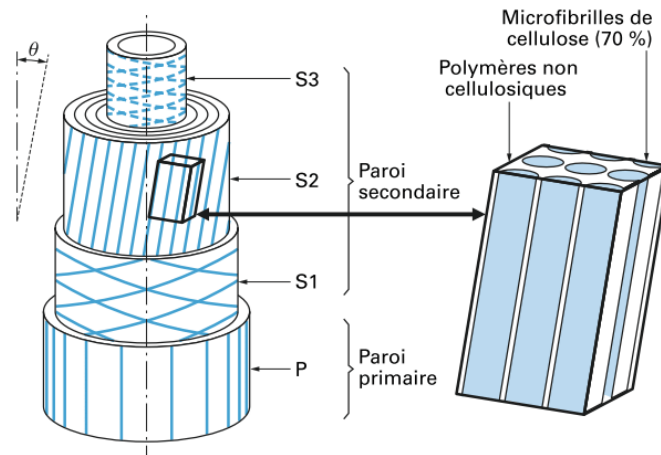


Figure 2. 2. Structure d'une fibre végétale [161,162]

D'autre part, les fibres de lin présentent une section quasi hexagonale, dont les propriétés géométriques sont très variables suivant la longueur de la fibre. Cette variabilité cause une dispersion des propriétés mécaniques des fibres ayant différentes origines géographiques et différentes années de production [21]. Le tableau 2.1. présente une synthèse des principales propriétés des fibres de lin, notamment leur masse volumique  $\rho$ , le module d'Young en traction  $E$ , les propriétés à la rupture (contrainte  $\sigma_r$  et déformation  $\epsilon_r$ ).

Tableau 2. 1. Propriétés principales des fibres de lin [21, 163]

Propriété	$\rho$	$E$	$\sigma_r$	$\epsilon_r$
Unité	[kg.m <sup>-3</sup> ]	[GPa]	[MPa]	[%]
Intervalle	[1450-1550]	[35-75]	[450-2200]	[1,35 - 4,5]

Dans cette étude, les renforts choisis sont fournis et commercialisés par la société Eco-Technilin. Il s'agit d'un rouleau unidirectionnel de fibres de lin, connu par le nom de «FlaxTape 200» dont la masse surfacique des fibres est de 200 g.m<sup>-2</sup> (Fig 2.3.).



Figure 2. 3. Rouleau de fibres « FlaxTape200 »

### 2.1.2.2. Choix de la matrice

Comme mentionné au chapitre précédent, il existe des polymères totalement biosourcés (PLA, PHA, PA11, etc...). Cependant, ces thermoplastiques ne présentent pas toujours des propriétés très intéressantes, particulièrement leur résistance à la température. Dans le marché des résines, on peut trouver déjà des résines thermodurcissables partiellement biosourcées, plus performantes, mais qui ne peuvent pas être recyclées. Par conséquent, pour réaliser une structure composite à la fois performante mécaniquement et respectueuse de l'environnement, le choix de la matrice s'est porté sur une nouvelle résine fournie et commercialisée par la société ARKEMA, cette résine est nommée « Elium ».

Il s'agit d'une résine thermoplastique de méthacrylate de méthyle liquide contenant un mélange (monomère MMA + initiateur BPO) possédant une viscosité de 100 cP [164, 165]. Cette résine thermoplastique initialement liquide est conçue pour la fabrication de composites par les procédés de mise œuvre de type RTM «Resin Transfer Molding» ou LRI «Liquid Resin Infusion», généralement destiné aux résines thermodurcissables. L'infusion et la polymérisation de cette résine s'effectuent à température ambiante avec des temps de durcissement courts. L'activation de la résine Elium est réalisée à l'aide d'un peroxyde (CH50x) avec un taux recommandé entre 2% (réactivité lente) et 3% (réactivité élevée). En dehors de cette plage, la résine ne se polymérise pas correctement. Les pièces composites thermoplastiques obtenues après infusion de la résine Elium présentent des propriétés mécaniques similaires à celles des pièces avec une résine époxy [166]. Le tableau 2.2. présente une comparaison des propriétés mécaniques de la résine Elium et d'autres résines thermodurcissables largement utilisées, telles que le greenpoxy 56, l'époxy SR8500 et l'époxy SR 1700.

**Tableau 2. 2. Comparaison des principales propriétés mécaniques de la résine Elium et d'autres résines [166]**

	Module d'Young [GPa]	Contrainte à la rupture [MPa]	Déformation à la rupture [%]	Masse volumique [kg.m <sup>-3</sup> ]
Elium	3,3	44	2,03	1130
GreenPoxy 56	3,15	51	3,6	1200
Epoxy SR 8500	3,5	41	1,2	1185
Epoxy SR 1700	4,2	84	3,1	1180

Malgré les propriétés mécaniques intéressantes de l'Elium, cette résine n'est pas biosourcée et par conséquent non biodégradable. Cependant, elle peut théoriquement être thermoformée

et recyclée. Il est apparu sur le marché des résines thermoplastiques en 2014, mais jusqu'à présent, leur pouvoir de recyclage n'a pas été étudié et justifié. Dans le cadre de ce travail de thèse, nous proposons d'étudier expérimentalement la capacité de recyclage de cette résine.

### 2.1.2.3. Choix du capteur d'émission acoustique

Afin d'améliorer la sécurité des structures en service, d'optimiser le temps de maintenance ainsi que de diminuer les coûts d'intervention, le contrôle de santé intégré d'une façon permanente ou semi-permanente, pourrait être une solution prometteuse pour l'évaluation de l'état de dégradation des structures composites. En effet, l'intégration des capteurs au sein des matériaux composites donne la possibilité de contrôler l'évolution de l'endommagement en temps réel et in situ. Le choix du capteur à intégrer se limite à prendre le matériau ayant un coefficient de couplage électromécanique le plus fort et des pertes mécaniques et diélectriques les plus faibles. Le capteur choisi dans cette étude est un capteur piézo-céramique PIC255. C'est un matériau PZT commercialisé par la société Pi-céramique [167]. Il possède une température de curie extrêmement élevée, une permittivité élevée, un facteur de couplage élevé et une constante de charge élevée. Une explication détaillée de PIC 255 est présentée dans le catalogue de la société Pi-céramique [167]. Dans le tableau 2.3. , les principales caractéristiques de ce capteur, extraites du catalogue des matériaux piézo-céramiques de la société Pi-céramique, sont présentées.

**Tableau 2. 3. Principales caractéristiques du capteur PIC 255 [167]**

Paramètres		Valeurs
Propriétés physiques et diélectriques	Densité $\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	7,8
	Température de Curie $T_c$ (°C)	350
	Permittivité dans la direction de polarisation $\epsilon^T/\epsilon_0$	1750
	Facteur de perte diélectrique $\tan\delta$	20
Propriétés électromécaniques	Coefficient de couplage électromécanique $K_p$	0,62
	Constante de charge piézoélectrique $d^t$ (10 <sup>-12</sup> C/N)	400
	Constante de tension piézoélectrique $g$ (10 <sup>-3</sup> Vm/N)	25
Propriétés acousto-mécaniques	Constante de fréquence $N_p$ (Hzm)	2000
	Constante élastique (compliance) $S^E$ (10 <sup>-12</sup> m <sup>2</sup> /N)	20,7
	Facteur de qualité mécanique $Q_m$	80
Stabilité au vieillissement (variation relative du paramètre par décennie en %)	Constante diélectrique relative $C$ (%)	-1
	Facteur de couplage $C_K$ (%)	-1



Le capteur piézoélectrique PIC255 présente une solution optimale pour les applications d'actionneurs dans des conditions dynamiques et des températures élevées. Le facteur de couplage élevé, le faible facteur de perte mécanique et le faible coefficient de température rendent ce matériau essentiellement adapté aux transducteurs à ultrasons de faible puissance, aux systèmes à large bande non résonnants et aux capteurs de force et acoustiques.

## 2.2. Procédés de mise en œuvre

### 2.2.1. Mise en œuvre des composites intelligents par LRI

Le matériau étudié dans ce travail est un composite stratifié à plis unidirectionnels de type  $[0]_8$  à base de fibres de lin et de résine thermoplastique Elium. L'avantage de la résine Elium provient de son caractère thermoplastique qui permet d'avoir un matériau thermoformé et potentiellement recyclable. De plus, il possède une viscosité initiale très proche de celle de certaines résines Vinylester ou Polyester. Ainsi, cette résine peut être utilisée avec des procédés de mise en œuvre du type RTM ou LRI, habituellement destinés aux résines thermodurcissables.

Trois étapes de mise en œuvre sont nécessaires pour la réalisation par le procédé LRI de plaques composites instrumentées par capteurs intégrés :

- La première étape consiste à préparer les matières premières : capteurs et fibres de lin. En amont, une phase de soudure des fils conducteurs sur les capteurs piézoélectriques a été effectuée (Fig 2.4.). Ainsi les différents plis des fibres de lin sont découpés manuellement et séchés dans une étuve ventilée pendant une heure à une température de 110°C [168]. Ce cycle constitue la solution optimale qui permet l'élimination de toute humidité excessive sans dégrader les propriétés mécaniques des fibres. Le séchage permet d'améliorer la qualité d'adhésion fibre/matrice et garantir une meilleure qualité du composite.
- La deuxième étape consiste à disposer les différents éléments constituant le moule d'infusion comme présenté dans la figure 2.5. Tout d'abord, un tissu d'arrachage est mis en place sur le plan de travail préalablement ciré afin de faciliter le démoulage de la plaque composite à fabriquer. Par la suite, les différents plis de fibres de lin séchées sont disposés selon la séquence d'empilement  $[0]_8$  en insérant les capteurs piézoélectriques dans le plan médian comme illustré sur la figure 2.4. Un autre tissu d'arrachage est mis en place après la disposition des fibres pour faciliter la séparation du composite avec les couches supérieures. Ensuite, un milieu drainant, accompagné d'un film micro-perforé, est posé sur l'ensemble pour assurer une circulation homogène de la résine sur toute la plaque.

Aussi, deux gaines sont positionnées au-dessus des couches de la préforme permettant l'entrée et la sortie de la résine. L'ensemble est ensuite recouvert d'une bâche imperméable. L'étanchéité et la fixation de la bâche sur le moule sont effectuées à l'aide d'un ruban d'étanchéité. Finalement, les gaines d'entrée et de sortie sont reliées à deux tuyaux. Le tuyau d'entrée est plongé dans un bac de résine Elium. Le tuyau de sortie est ainsi relié à une pompe à vide en passant par un bac tampon, servant à contenir l'excès de la résine lors de l'opération d'infusion

- La troisième étape consiste à réaliser une dépression maximale dans le moule avant l'ouverture du tuyau d'entrée de résine, afin d'effectuer d'une part une opération de dégazage de l'ensemble du moule et d'autre part de vérifier l'étanchéité à l'aide d'un détecteur de fuite par ultrasons. Après, au moins, une heure de dégazage, la dépression est réduite à 0,6 bar. Une augmentation de la dépression d'infusion jusqu'à 0,7 voire 0,8 bar est possible. Au-delà de ces valeurs, la résine risque de dégazer. Par la suite, la résine catalysée est préparée et le tuyau d'entrée de la résine est ouvert. Sous l'effet de la dépression, l'écoulement de la résine vers la préforme est réalisé. La résine remplit la gaine d'entrée qui assure sa diffusion dans la largeur du milieu drainant. La résine avance alors à travers la préforme, comme illustrée sur la figure 2.6.

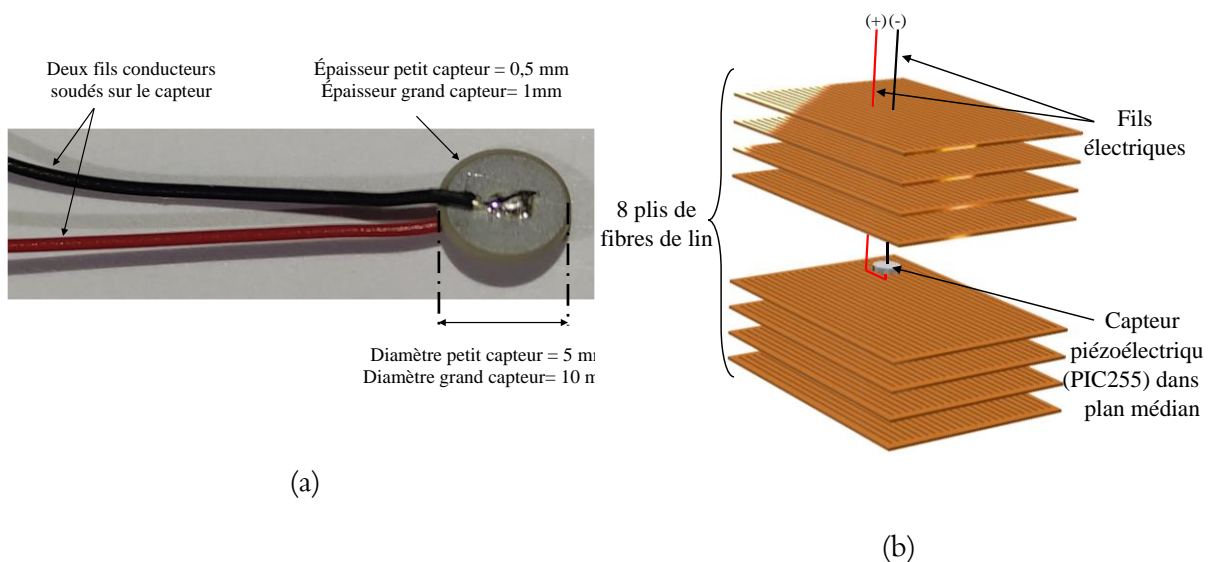


Figure 2. 4. Capteur piézoélectrique : a) dimension des capteurs utilisés et b) position de capteur dans le composite stratifié UD à 0°

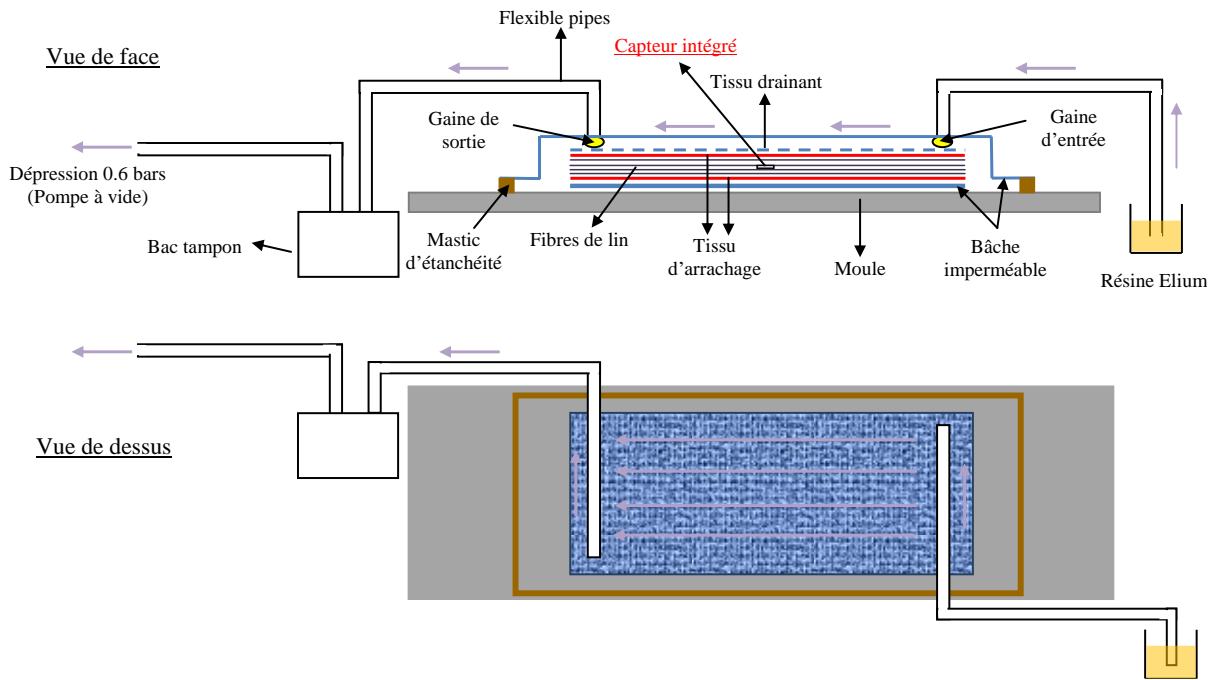


Figure 2. 5. Procédé d'infusion de résine liquide (LRI) pour la mise en œuvre des composites stratifiés UD et intégrés par des capteurs piézoélectriques.

Une fois l'avancement de la résine atteint la gaine de sortie, l'arrivée de la résine est fermée et la dépression est maintenue. La température à la surface de la bâche est surveillée afin de détecter le pic exothermique (environ 50 °C) correspondant à la polymérisation de la résine. Une fois la pièce est refroidie, le tuyau d'entée est fermé et la dépression est arrêtée. Le moule est gardé fermé pendant environ 24h. Ensuite, le démoulage peut alors avoir lieu.



Figure 2. 6. Différentes phases d'infusion (avancement de la résine)

Avec ce procédé, trois types d'éprouvettes sont élaborées : éprouvette non instrumentée (NI), éprouvette instrumentée avec un petit capteur (PC) et éprouvette instrumentée avec un

grand capteur (GC) dont les dimensions des capteurs sont respectivement [épaisseur = 0.5 mm, diamètre = 5 mm] et [épaisseur = 1 mm, diamètre = 10 mm] (Fig 2.4.). Les éprouvettes d'essais ont une forme rectangulaire avec une longueur de 250 mm, une largeur de 30 mm et une épaisseur de 3 mm environ (Fig 2.7.).

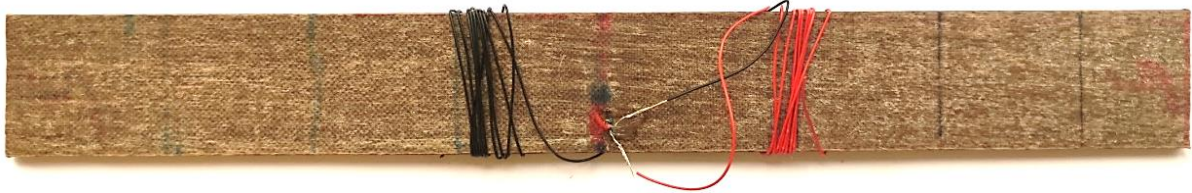


Figure 2. 7. Éprouvette avec un capteur piézoélectrique intégré

### 2.2.2. Procédés de recyclage de déchets composites

Dans cette thèse, le procédé de recyclage par thermocompression est appliqué sur les déchets des composite lin/Elium. Deux étapes sont réalisées et sont illustrées dans la figure 2.8.

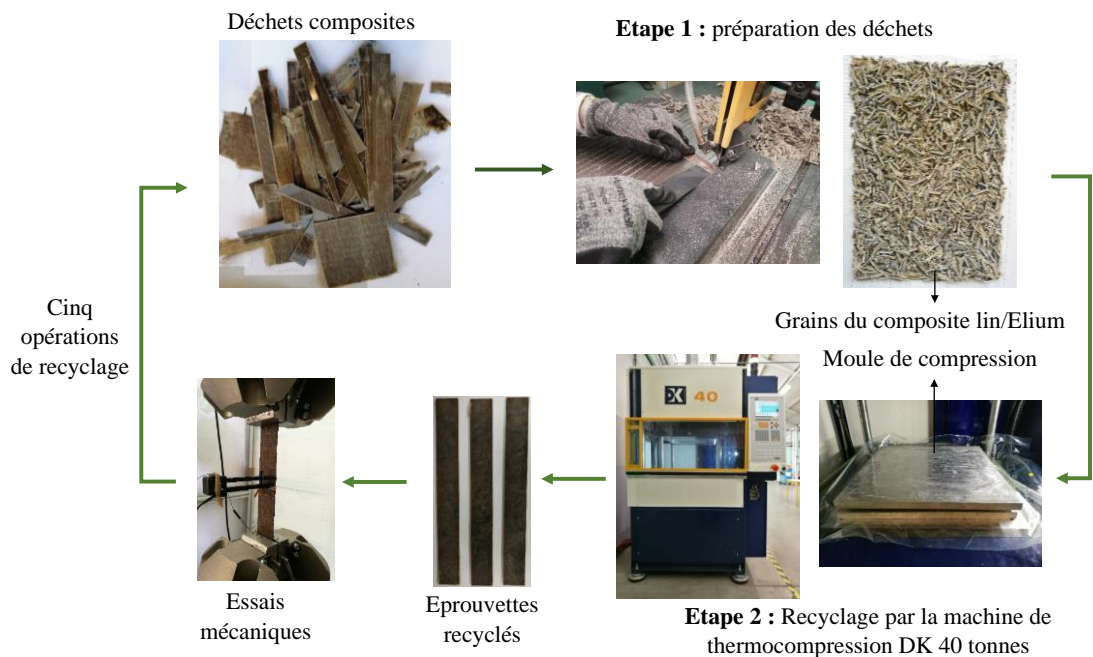


Figure 2. 8. Procédé de recyclage par thermocompression

La première étape consiste en la préparation des déchets en petits morceaux rectangulaires des composites. La deuxième étape consiste en la mise en place de ces petites particules entre deux plaques d'acier (moule de compression) et ainsi que le paramétrage de la presse à plateaux chauffants. Ce procédé de recyclage est réalisé par compression des déchets entre les plateaux chauffants. Une presse de 40 tonnes commercialisée par DK Technologies a été utilisée pour le procédé du recyclage. Une fois le paramétrage de la machine est effectué, le plateau mobile

s'élève vers le plateau supérieur fixe. Le moule de compression est positionné entre ces deux plateaux (dimensions 450x450 mm<sup>2</sup>). Ils sont équipés d'un circuit de régulation interne pour les opérations de chauffage et de refroidissement (Fig 2.9.).

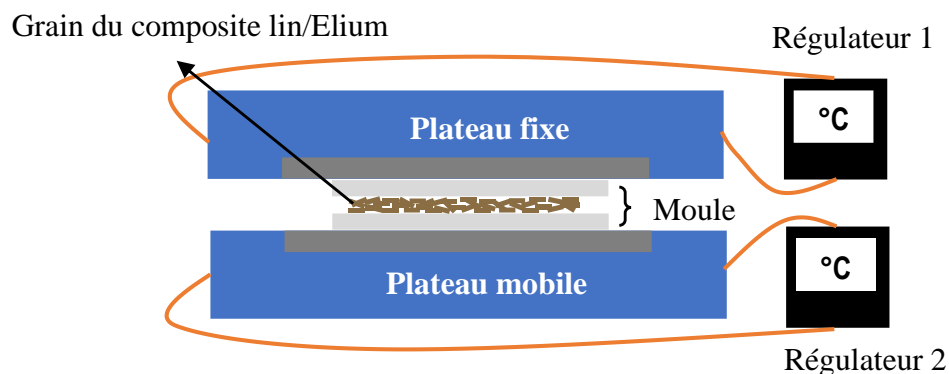


Figure 2. 9. Synoptique du procédé de recyclage

Ce procédé de recyclage est appliqué sur le composite lin/Elium ainsi que sur la résine Elium seule. Les éprouvettes recyclées d'Elium et celles du composite sont notées respectivement ER<sub>i</sub> (Elium recyclé) et CR<sub>i</sub> (Composite Recyclé). Le symbole « i » indique le nombre de cycles de recyclage (ou le nombre d'opérations de recyclage le même matériau). Le chiffre zéro correspond au matériau sain donc non recyclé. Cinq opérations de recyclage ont été appliquées aux deux matériaux et sont résumés dans le tableau 2.4.

Tableau 2. 4. Matériaux d'études

Matériaux	Elium ER <sub>i</sub>					Composite lin/Elium CR <sub>i</sub>						
	ER <sub>0</sub>	ER <sub>1</sub>	ER <sub>2</sub>	ER <sub>3</sub>	ER <sub>4</sub>	ER <sub>5</sub>	CR <sub>0</sub>	CR <sub>1</sub>	CR <sub>2</sub>	CR <sub>3</sub>	CR <sub>4</sub>	CR <sub>5</sub>
i: nombre de recyclages												

La figure 2.10. présente le cycle de fabrication utilisé lors du procédé de recyclage par thermocompression. Ce cycle se déroule en cinq étapes. Tout d'abord, le moule est chargé de déchets, le plateau mobile est fermé jusqu'à ce qu'une pression de contact soit atteinte. Le moule est ensuite soumis à une rampe de température de 25 °C/minute jusqu'à 100°C soit atteinte. L'étape suivante consiste à maintenir le moule à cette température pendant 5 minutes pour assurer une répartition homogène de la température dans le moule. À l'issue de cette étape, une rampe de température ascendante de 25°C/minute est appliquée pour atteindre la température de polymérisation (170 °C). À ce stade, la pression de fabrication appliquée est de 5 bars pour le recyclage de la résine Elium et de 20 bars pour le composite lin/Elium. Ensuite, le moule est maintenu dans ces conditions jusqu'à la fin du processus de thermocompression (environ 20

minutes). Enfin, une étape de refroidissement est entamée avec une rampe de température descendant de 25 °C/minutes jusqu'à une température de 30 °C. Cette étape permet la récupération des matériaux recyclés à basse température.

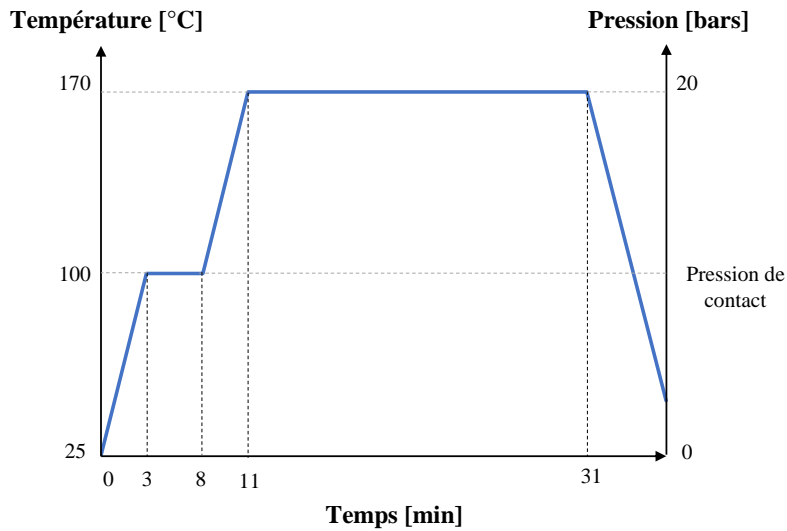


Figure 2.10. Cycle de thermocompression

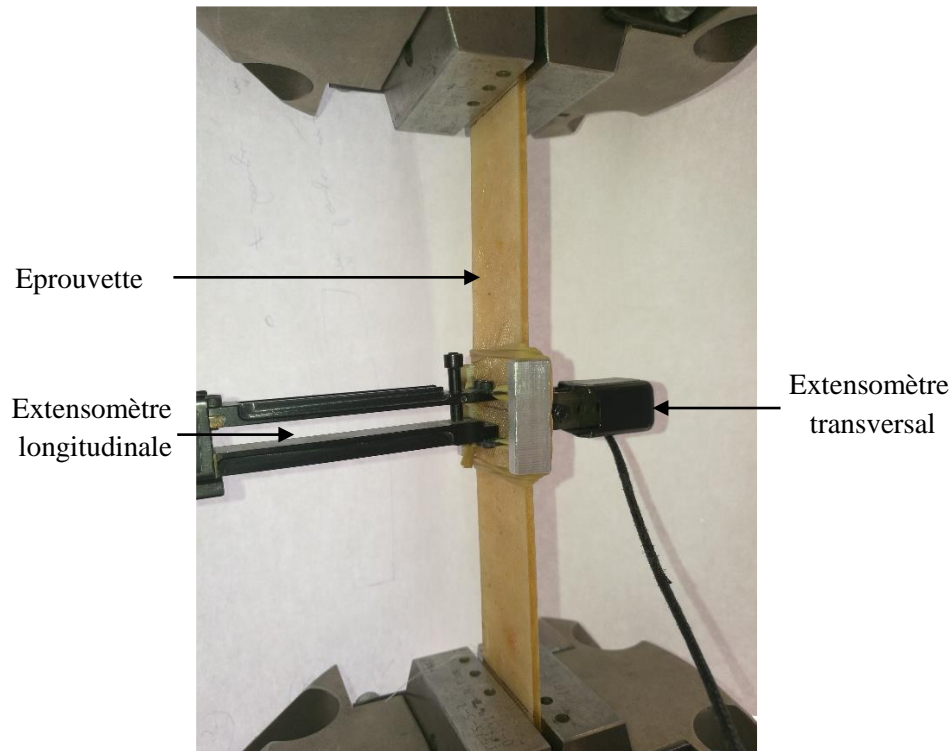
## 2.3. Protocoles expérimentaux

### 2.3.1. Essais de traction statique

Des essais de traction statique sont effectués sur l'ensemble des matériaux recyclés et non recyclés. Ces essais permettent de déterminer les principales propriétés de la résine et des composites étudiés et aussi d'identifier les différents mécanismes d'endommagement subis par ces matériaux. De plus, ces essais statiques présentent une référence permettant de réaliser et interpréter d'autres essais comme la fatigue cyclique et la vibration. La figure 2.11. présente le dispositif expérimental. Des essais de traction statique sont aussi réalisés sur les différentes éprouvettes instrumentées afin d'étudier le comportement du composite après intégration des capteurs au sein du matériau.

Les essais des composites à fibres unidirectionnelles avec et sans capteur intégré sont effectués avec une machine hydraulique universelle (INSTRON modèle 8801) équipée d'un capteur de force de 100 kN dont le contrôle et l'acquisition des données sont effectués par ordinateur. La déformation dans le sens de la traction est mesurée à l'aide d'un extensomètre longitudinal. La géométrie des éprouvettes NI (éprouvette non instrumentée), PC (éprouvette instrumentée avec le petit capteur) et GC (éprouvette instrumentée avec le grand capteur) est rectangulaire de dimensions 250 x 30 x 3 mm. Tous les échantillons ont été testés sous

chargement uni-axial, conformément à la méthode d'essai standard ASTM D3039/D3039M [169]. Le chargement a été effectué à une vitesse de déplacement 1 mm/minute à température ambiante. Les propriétés mécaniques obtenues par ces essais sont : le module d'élasticité longitudinal (module d'Young :  $E$ ) ; les propriétés à la rupture (contrainte de rupture  $\sigma_r$  et déformation de rupture  $\epsilon_r$ ). Afin de prendre en compte la variabilité des résultats due aux conditions expérimentales et matériaux, trois à cinq éprouvettes de chaque configuration sont testées.



*Figure 2. 11. Dispositif expérimental d'un essai de traction effectué sur une éprouvette de résine recyclée*

Les matériaux recyclés sont testés avec la même machine, mais équipée d'une cellule de charge de 10 kN. Une vitesse de déplacement de 0,5 mm/minute est appliquée à température ambiante. Les éprouvettes sont rectangulaires de dimensions 180 x 20 mm avec épaisseur d'environ 2 mm. Deux extensomètres ont été utilisés pour mesurer les déformations longitudinales et transverses. Les propriétés mécaniques obtenues par ces essais sont : le module d'élasticité (module d'Young :  $E$ ) ; les propriétés mécaniques à la rupture (contrainte de rupture  $\sigma_r$  et déformation de rupture  $\epsilon_r$ ) et le coefficient de Poisson ( $\nu$ ).

### 2.3.2. Essais de traction en fatigue

La tenue en fatigue peut être étudiée sous différents aspects : en fonction de différents paramètres (amplitude, fréquence, mode de sollicitation...etc. Généralement, les essais de fatigue

sont effectués, soit par contrôle de la force, soit par contrôle du déplacement. L'essai de traction à force imposée est couramment utilisé puisque de nombreuses structures subissent des efforts plutôt que des déplacements.

Dans cette étude, les éprouvettes NI, PC et GC sont testées au moyen des essais de fatigue par contrôle de force. Tans dis que, la tenue en fatigue des matériaux recyclées (ER<sub>i</sub> et CR<sub>i</sub>) est étudiée par des essais contrôlés en déplacement.

### 2.3.2.1. Essais de fatigue par contrôle de force

Les essais de fatigue effectués sur les composites à fibres unidirectionnelles avec et sans capteur intégré sont menés en traction cyclique avec la même machine équipée d'une cellule de force de 100 kN selon la norme ASTM D3479 [170]. Ils sont menés en contrôlant le signal de la force avec une forme d'onde sinusoïdale et une fréquence de 10 Hz (Fig 2.12.).

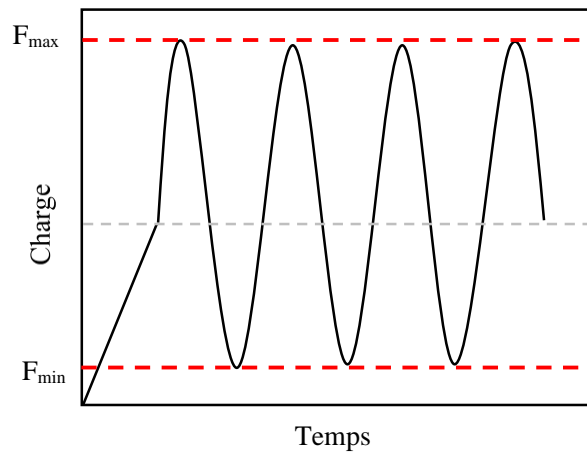


Figure 2. 12. *Profile de chargement pour un essai de fatigue*

Le rapport de chargement  $R$ , défini par l'équation (2.1), a été fixé à 0,1. Différents niveaux de chargement  $r$  (équation 2.2) ont été appliqués pour chaque matériau. Les essais de fatigue ont été réalisés jusqu'à rupture des éprouvettes.

$$R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}} = 0,1 \quad (2.1)$$

Où  $\sigma_{max}$  et  $\sigma_{min}$  sont respectivement les contraintes maximale et minimale appliquées.

$$r = \frac{\sigma_{max}}{\sigma_r} \quad (2.2)$$

$\sigma_r$  est la contrainte à la rupture mesurée en statique.



### 2.3.2.2. Essais de fatigue par contrôle de déplacement

Dans le cas des matériaux recyclés, les essais de fatigue ont été effectués au moyen de la même machine équipée d'une cellule de force de 10 kN. Ces essais ont été effectués en contrôlant le déplacement avec une forme d'onde sinusoïdale et une fréquence de 5 Hz.

Un déplacement moyen ( $d_m$ ) égal à 40% du déplacement à la rupture en statique ( $d_r$ ) a été maintenu constant pour tous les matériaux. Autour de cette valeur, un déplacement cyclique avec une amplitude de 20% du déplacement à la rupture ( $d_r$ ) est appliqué. Trois à cinq éprouvettes de chaque opération de recyclage sont testées afin de prendre en compte la variabilité des résultats expérimentaux.

### 2.3.2.3. Calcul de l'amortissement en fatigue

Les caractéristiques énergétiques de chaque cycle de fatigue sont étudiées en analysant l'évolution des cycles d'hystérésis. En considérant le cycle d'hystérésis présenté sur la figure 2.13, il est possible de séparer l'enveloppe externe en deux phases : la première est la partie de chargement, pendant laquelle la charge ( $F$ ) et le déplacement ( $d$ ) augmentent et la seconde est la partie de déchargement, pendant laquelle une diminution de ces deux paramètres est enregistrée.

Deux types d'énergie peuvent être calculées à partir de la courbe d'hystérésis : l'énergie

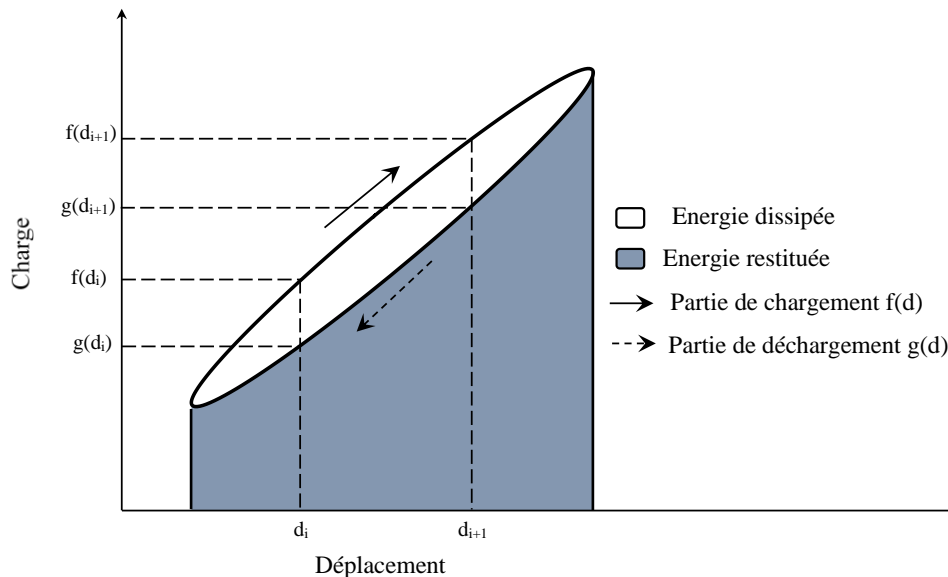


Figure 2. 13. Représentation d'un cycle d'hystérésis

dissipée  $E_d$  qui correspond à la surface intérieure du cycle d'hystérésis, et l'énergie potentielle maximale  $E_p$  qui représente la surface totale sous la phase de chargement (somme des zones blanche et grise sur la fig 2.13.). Pour calculer ces énergies, la méthode des trapèzes est utilisée. Considérant que le cycle est composé de  $2n$  points de mesures, et notant  $f(d_i)$  l'image du point

de déplacement  $d_i$  sur la partie du chargement, et  $g(d_i)$  son image sur la partie de déchargement, alors l'énergie potentielle  $E_p$  est donnée par [171]:

$$E_p = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^n (d_{i+1} - d_i) (f(d_{i+1}) + f(d_i)) \quad (2-4)$$

De plus, l'énergie restituée  $E_r$ , correspond à l'aire sous la partie du déchargement, donnée par :

$$E_r = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^n (d_{i+1} - d_i) (g(d_{i+1}) + g(d_i)) \quad (2-5)$$

L'air de la surface intérieur du cycle, correspond à l'énergie dissipée  $E_d$ , est calculée par la différence de l'énergie potentielle et l'énergie restituée. Elle est donnée par :

$$E_d = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^n (d_{i+1} - d_i) [(f(d_{i+1}) + f(d_i)) - (g(d_{i+1}) + g(d_i))] \quad (2-6)$$

L'amortissement en fatigue est défini comme le rapport entre l'énergie dissipée  $E_d$  et l'énergie potentielle  $E_p$ . Il est calculé par [171] :

$$\eta = \frac{E_d}{2\pi E_p} \quad (2-7)$$

### 2.3.3. Analyse des mécanismes d'endommagements par la technique d'EA

Les essais de traction en statique et en fatigue décrits précédemment sont réalisés avec un suivi des mécanismes d'endommagement par émission acoustique. Dans les cas des éprouvettes non instrumentés (NI) et aussi dans le cas des échantillons recyclés, le suivi est effectué à l'aide de deux capteurs piézoélectriques fixés sur la surface du matériau (Fig 2.14.). Ces capteurs (fournis par la société Mistras) ont une bande passante de 100 kHz à 1 MHz et un pic de résonance du 300 kHz. Chaque capteur est couplé à un préamplificateur de gain de 40 dB pour amplifier les signaux reçus. L'enregistrement des signaux est réalisé à l'aide d'un système d'acquisition EPA (Euro Physical Acoustic). Pour éviter des signaux indésirables (des bruits), le capteur de déformation (extensomètre) n'a pas été utilisé dans tous les essais. Un gel de couplage (graisse de silicone) est utilisé entre les capteurs et la surface de l'éprouvette pour améliorer la transmission des ondes acoustiques. Les signaux acoustiques sont enregistrés au moyen du logiciel AWin, fourni par EPA, avec une fréquence d'acquisition de 5 MHz. Ce système est équipé d'une carte d'acquisition PCI connectée à un ordinateur.

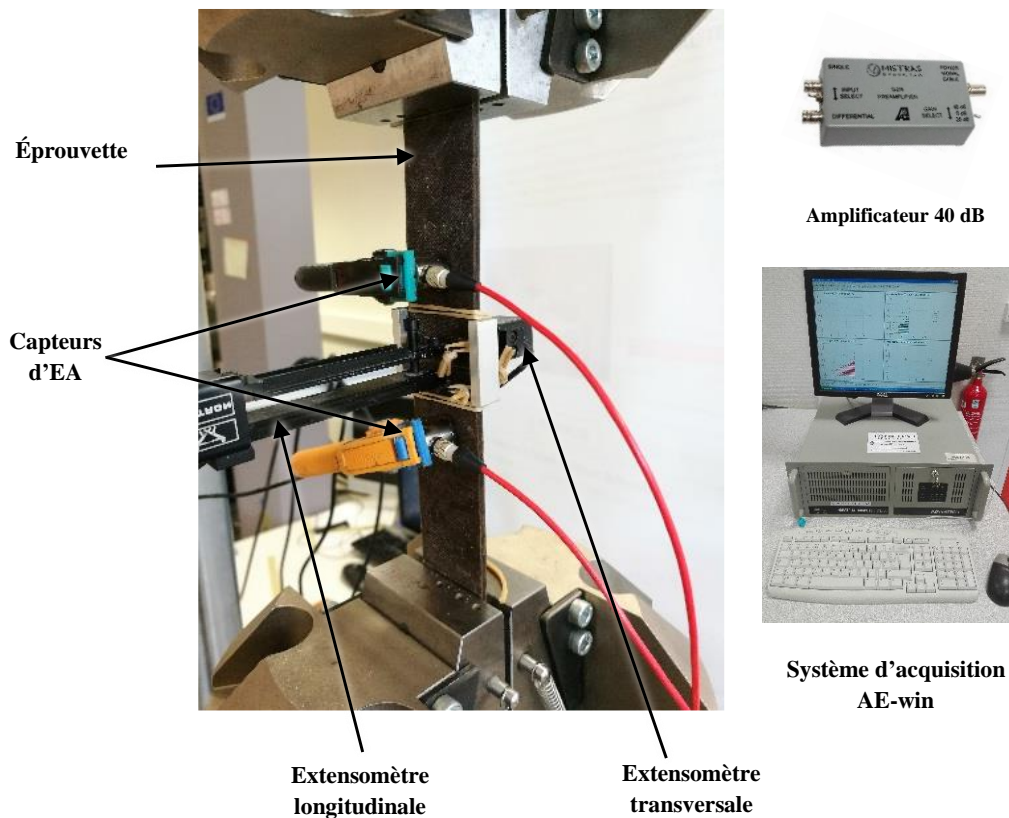


Figure 2. 14. Dispositif de l'Émission Acoustique associé aux essais de traction des éprouvettes sans capteur intégré

Avant de procéder aux essais de traction, des essais de «cassé de mine» ont été effectués pour vérifier le bon fonctionnement et le bon paramétrage de la chaîne d'acquisition. Un seuil d'acquisition a été fixé à 38 dB pour éviter la détection des signaux parasites provenant de sources externes (bruit). De plus, la chaîne d'acquisition est paramétrée par les valeurs temporelles suivantes : PDT (Pic Definition Time) = 50  $\mu$ s, HDT (Hit Definition Time) = 100  $\mu$ s et HLT (Hit Lock-out Time) = 200  $\mu$ s. Après les essais de traction, des analyses microscopiques ont été réalisées à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) pour déceler les mécanismes d'endommagement sur les faciès de rupture. Des échantillons extraits des éprouvettes testées (dimension 1x1 cm) ont été préparés pour ces observations.

Dans le cas des éprouvettes instrumentées par un petit ou un grand capteur (PC ou GC), le suivi d'émission acoustique est effectué par le capteur PIC 255 intégré au sein du matériau. Le dispositif expérimental est présenté dans la figure 2.15. Il est composé par l'éprouvette instrumentée, l'amplificateur, le système d'acquisition et de stockage des signaux acoustiques. Le capteur PIC 255 a pour rôle la réception des ondes élastiques créées par le matériau sollicité. Ces ondes sont converties en signaux électriques et fournissent alors le signal d'émission acoustique. Après une amplification de ces signaux par un amplificateur de gain de 40 dB, les données

acoustiques sont numérisées par une carte d'acquisition PCI afin d'être traitées. La valeur seuil d'acquisition des signaux a été fixée à 40dB, et les paramètres d'acquisition temporels ont été définis par PDT = 50  $\mu$ s, HDT = 100 $\mu$ s, HLT = 200 $\mu$ s [172].

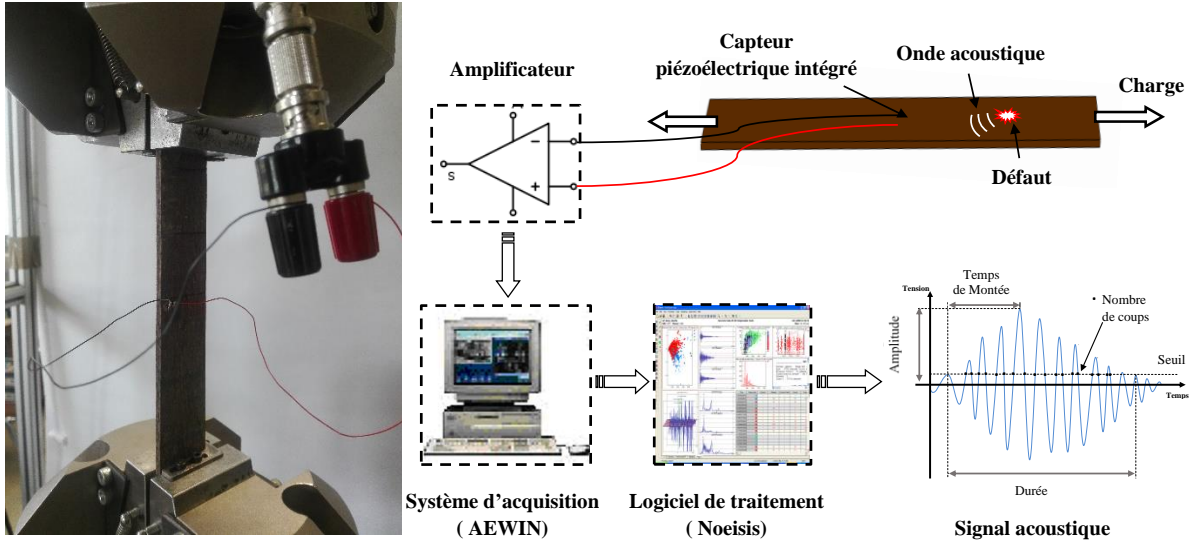


Figure 2. 15. Chaîne d'acquisition des signaux d'émission acoustique au cours d'un essai de traction d'une éprouvette instrumentée par capteur intégré

Pour tous les matériaux, les signaux d'émission acoustique détectés sont traités et classifiés avec le logiciel Noesis [173] en utilisant la méthode de classification K-moyennes [174]. C'est une méthode de classification non supervisée adoptée pour regrouper, dans la même classe, les signaux d'émission acoustique ayant des caractéristiques similaires. Elle consiste à construire un nombre optimal de k-classes. Pour ce faire, plusieurs étapes sont exécutées. Dans un premier temps, une transformation donnée par l'équation (2.8) a été appliquée sur l'ensemble des signaux détectés afin de normaliser les données qui présentent des différentes d'unités.

$$\forall i \in \Omega_p, p \in \Delta : z_i = \frac{x_i - m_{xp}}{\sigma_{xp}} \quad (2.8)$$

Avec :  $\Omega_p$  est l'ensemble des données,  $\Delta$  est l'ensemble de classificateurs,  $x_i$  est le signal de l'événement  $i$ ,  $m_{xp}$  est la moyenne de  $\Omega_p$  et  $\sigma_{xp}$  est l'écart type de  $\Delta$ .

Ensuite, l'algorithme de la méthode de K-moyennes [174] commence par initialiser les centres des classes de manière aléatoire, puis calcule la distance entre chaque événement et les centres des classes. L'étape suivante consiste à affecter chaque signal à la classe avec la moyenne la plus proche des différents paramètres de classification choisis. Une fois que tous les signaux de données sont associés à une classe, de nouveaux groupes de signaux sont recalculés. Ensuite, les

signaux sont réaffectés à des nouveaux groupes. Le processus se poursuit jusqu'à la convergence de l'algorithme et la stabilité des centres des classes. L'algorithme est appliqué plusieurs fois par des séquences de 1000 itérations avec une variation du nombre de classes de 2 à 7. À chaque étape, le coefficient de Davies et Bouldin [175] est déterminé par l'équation (2.5) :

$$R_{ij}(D \& B) = \frac{1}{k} \sum_{i=1}^n \max_i \left( \frac{d_i + d_j}{d_{ij}} \right) \quad (2.9)$$

Avec :  $k$  est le nombre de classes imposé,  $d_i$  et  $d_j$  sont respectivement les distances moyennes dans les classes  $i$  et  $j$  et  $d_{ij}$  est la distance moyenne entre les classes  $i$  et  $j$ .

Le nombre optimal de classes  $k$  est celui qui minimise le coefficient de Davies et Bouldin  $R_{ij}$  (D&B) [175]. A titre d'exemple, les résultats de cette recherche itérative dans le cas des matériaux recyclés sont présentés en figure 2.16.

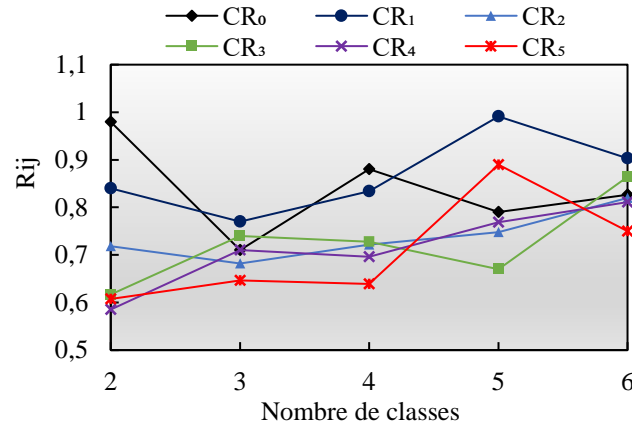


Figure 2. 16. Recherche du nombre de classes minimisant le critère du coefficient  $R_{ij}$

L'algorithme  $K$ -moyennes offre la meilleure séparation des données au regard des considérations mathématiques, sans vraiment prendre en compte les phénomènes physiques. Pour obtenir une classification répétable de l'ensemble des données, cinq paramètres temporels ont été sélectionnés pour la classification : l'amplitude, le temps de montée, la durée, l'énergie absolue, ainsi que le nombre de coups cumulés. Ces paramètres caractérisent les salves des signaux acoustiques collectées durant les essais. Ils sont illustrés sur la figure 2.17. Monti et al. [63] ont utilisé cette méthode pour classifier les différents signaux acoustiques détectés, lors des essais de traction, des éprouvettes composites Lin/Elium. Ils ont montré une répétabilité élevée du regroupement des données en utilisant ces cinq paramètres de classification.

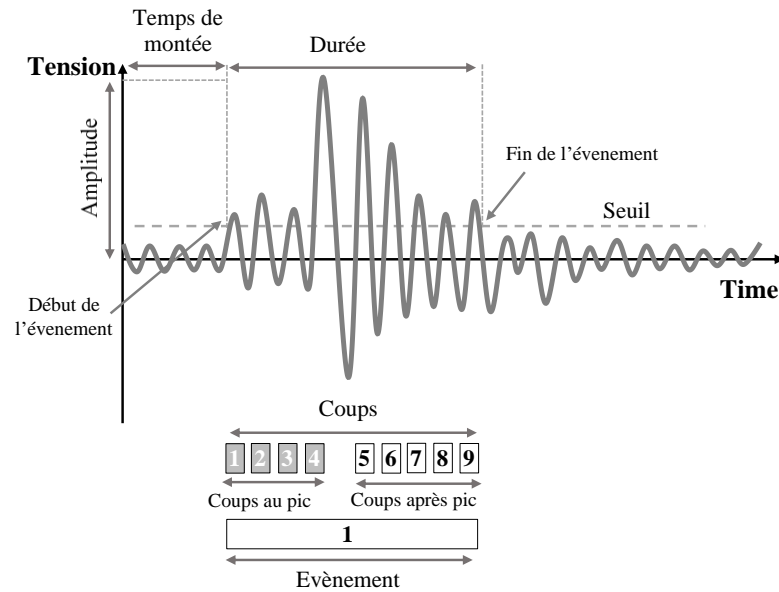


Figure 2. 17. Forme d'onde typique d'une salve acoustique et principaux paramètres calculés par le système d'acquisition [176]

## 2.3.4. Essais de vibration

### 2.3.4.1. Protocole expérimental

L'essai d'analyse modale est un outil qui permet de déterminer les propriétés dynamiques des matériaux composites. Les essais de vibration sont réalisés sur les biocomposites avec capteur intégré afin de déterminer l'effet de l'intégration et de la position du capteur sur le comportement du composite lin/Elium. De la même manière, l'effet du processus de recyclage sur les propriétés dynamiques a été étudié en vibration sur les matériaux recyclés. Ces essais sont réalisés selon la norme ASTM-E756 [177]. Les différentes éprouvettes composites sont testées en configuration encastree/libre au moyen du dispositif expérimental présenté en figure 2.18.

Le principe de ce dispositif consiste à mesurer la réponse de l'extrémité libre de la poutre exposée à une excitation d'impact. La longueur de l'encastrement est de 40 mm. Différentes longueurs libres des éprouvettes (260 mm, 230 mm, 200 mm et 170 mm) sont adoptées pour cette étude afin de faire varier les valeurs des fréquences de résonance de chaque matériau. La largeur des poutres est de 30 mm. L'excitation de vibration est réalisée à l'aide d'un marteau d'impact (PCB084A14) à proximité de l'extrémité fixe, et ceci afin d'exciter une bande plus large de fréquence. L'enregistrement de la réponse des éprouvettes est effectué près de l'extrémité libre en utilisant un vibromètre laser (OFV 303 Sensor Head). Un boîtier d'acquisition lié au vibromètre est utilisé pour numériser et enregistrer les signaux détectés. La réponse enregistrée est traitée et numérisée par le logiciel NVGate installé sur un ordinateur. Ce logiciel permet le réglage des conditions d'acquisition et l'analyse des différents signaux acquis. Pour tous les

matériaux testés, chaque essai est répété plusieurs fois et la meilleure acquisition est retenue pour tracer la réponse en fréquence finale (FRF). De plus, trois éprouvettes de chaque matériau sont testées pour prendre en compte la variabilité des propriétés des différents constituants. Pour chaque essai, la fonction de réponse en fréquence (FRF) est analysée au moyen d'un code développé sous le logiciel MATLAB.

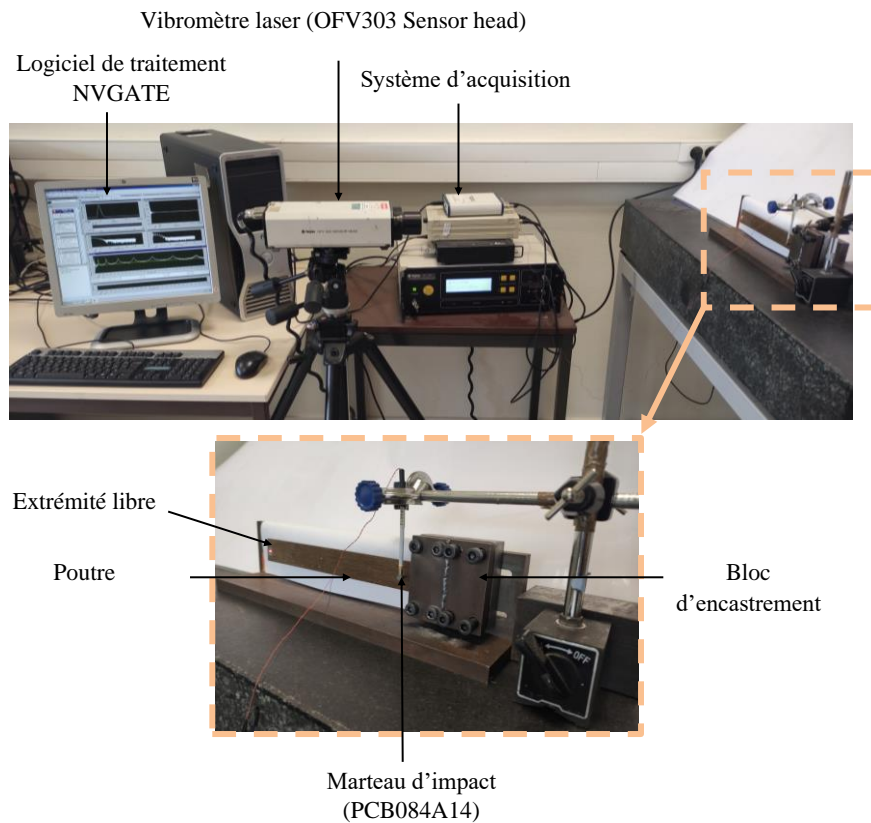


Figure 2. 18. Dispositif expérimental d'analyse modale

#### 2.3.4.2. Calcul des propriétés dynamiques par la méthode de la bande passante à -3dB

Pour le calcul du facteur de perte de chaque matériau, la méthode de la bande passante à -3dB [178] est largement employée à cause de sa simplicité d'utilisation. Elle consiste à déterminer les propriétés modales en analysant la réponse en fréquence (FRF) obtenue expérimentalement, comme présentée en figure 2.19.a. Chaque pic de résonance est considéré et traité séparément dans une représentation amplitude/fréquence. Une bande passante à -3 dB est définie par rapport à la valeur maximale de l'amplitude de chaque pic. La largeur de cette bande donne les deux fréquences d'intersection  $f_1$  et  $f_2$ , comme la montre la figure 2.19.b.

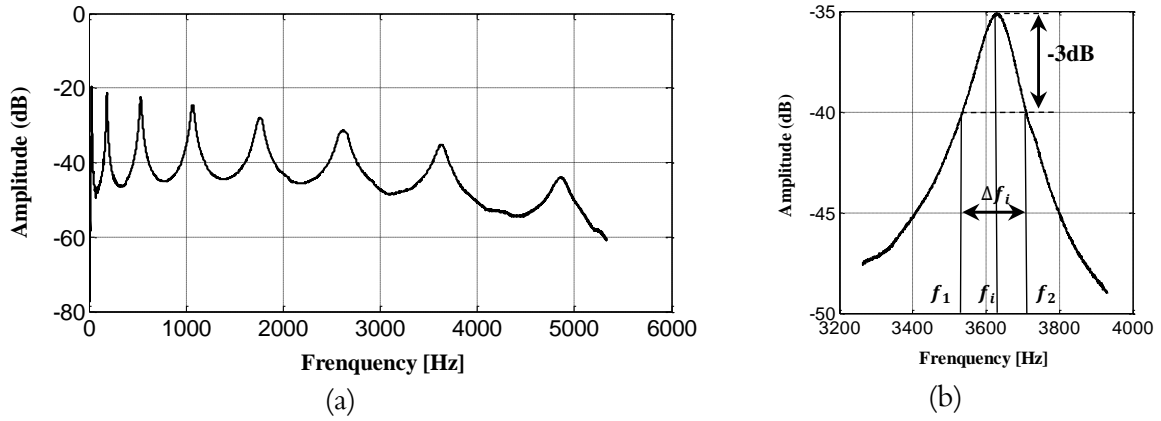


Figure 2.19. a) Réponse en fréquence (FRF) obtenue expérimentalement d'une éprouvette en configuration encastree/libre et b) Méthode de la bande passante à -3 dB

Ainsi, le facteur de perte  $\eta_i$  du  $n^{\text{ième}}$  mode peut être calculé par l'équation (2-10) :

$$\eta_i = \frac{\Delta f_i}{f_i} = \frac{f_2 - f_1}{f_i} \quad (2-10)$$

De plus, pour chaque mode de vibration flexion, le module d'Young  $E$  des éprouvettes est calculé par l'équation suivante [166] :

$$E = \frac{12 \rho l^4 f_n^2}{e^2 C_n^2} \quad (2-11)$$

Avec  $\rho$  la densité du matériau,  $l$  la longueur libre de l'éprouvette,  $f_n$  la fréquence de résonance du  $n^{\text{ième}}$  mode propre,  $e$  l'épaisseur de l'éprouvette dans la direction de vibration et  $C_n$  un coefficient pour le  $n^{\text{ième}}$  mode de vibration en configuration encastree/libre.

$$C_1 = 0.55959, C_2 = 3.5069, C_3 = 9.8194 \text{ et } C_n = \frac{\pi}{2} (n - 0.5)^2 \text{ pour } n > 3.$$

### 2.3.4.3. Analyse par élément finis du comportement dynamique des composites recyclés

Pour analyser le comportement vibratoire des matériaux recyclés, une modélisation numérique basée sur un calcul par éléments finis est effectuée. Ce calcul a pour objectif la détermination des fréquences de résonance, des tenseurs des contraintes et des déformations pour chaque mode propre. Afin de déterminer le facteur de perte global des matériaux recyclés et non recyclés, les énergies de déformation totales et dissipées sont calculées.

#### 2.3.4.3.1. Présentation du modèle éléments finis

La modélisation par simulation numérique du problème dynamique est présentée dans cette section. Les calculs des structures des matériaux recyclés et non recyclés sont effectués avec



le logiciel des éléments finis MSC NASTRAN. Les éprouvettes sont analysées dans une configuration encastree/libre comme indiqué dans la figure 2.20.

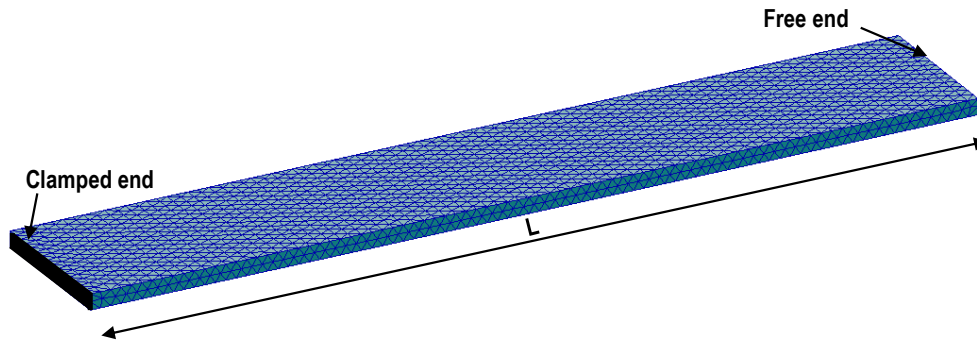


Figure 2. 20. Illustration schématique de la structure maillée avec les conditions aux limites

Les 6 degrés de liberté (en translation et en rotation) d'une extrémité sont bloqués. L'autre extrémité est maintenue libre. La loi de comportement est déterminée à partir des essais de traction statique. Les matériaux recyclés sont supposés avoir un comportement élastique linéaire. Les éléments de maillage utilisés sont des éléments tétraédriques linéaires. Pour toutes les éprouvettes, le nombre de nœuds utilisés pour mailler la structure a été défini dans un intervalle de 23845 à 30687. Quatre longueurs de poutre libres ont été utilisées : 260, 230, 200 et 170 mm. Pour tous les matériaux, la largeur est de 30 mm. L'épaisseur est de 2,5 mm pour les éprouvettes de résine d'Elium et 3 mm pour les éprouvettes du composite.

#### 2.3.4.3.2. Calcul des fréquences propres

Les fréquences de résonance des éprouvettes ont été calculées à l'aide du solveur AEMS/Lanczos du logiciel MSC Nastran [179], en résolvant le problème aux valeurs propres réelles défini par :

$$([K] - \omega_0^2[M])\{q\} = 0 \quad (2-12)$$

Avec  $[K]$  la matrice de rigidité statique spécifiée pour les propriétés du matériau,  $[M]$  la matrice de masse et  $q$  les variables nodales.

#### 2.3.4.3.3. Détermination du facteur de perte par une approche énergétique

Pour chaque mode de vibration d'une éprouvette, les énergies de déformation totale  $U$  et dissipée  $U_d$  sont calculées à partir des champs des contraintes et des déformations dans les éléments. La méthode de calcul des énergies de déformation modale est développée au moyen d'un code sous le logiciel MATLAB.

L'énergie élastique totale d'un élément fini  $e$  est calculée dans les directions  $x$ ,  $y$  et  $z$  par:

$$U^e = U_{xx}^e + U_{yy}^e + U_{zz}^e + U_{xy}^e + U_{yz}^e + U_{zx}^e \quad (2-13)$$

Les énergies  $U_{ij}^e$  sont calculées par la formule suivante :

$$U_{ij}^e = \frac{1}{2} \iiint \sigma_{ij} \varepsilon_{ij} dx dy dz \quad (2-14)$$

Avec  $ij = xx, yy, zz, xy, yz, xz$

Ensuite, l'énergie élastique totale est évaluée en additionnant les énergies de chaque élément  $e$  dans toutes les directions (eq (2.15)) :

$$U_{ij} = \sum_{\text{element}, e} U_{ij}^e \quad (2-15)$$

Enfin, l'énergie élastique totale  $U$  du matériau est donnée par

$$U = \sum_{ij} U_{ij} = U_{xx} + U_{yy} + U_{zz} + U_{xy} + U_{yz} + U_{zx} \quad (2-16)$$

Ensuite, l'énergie dissipée est calculée à partir des résultats énergétiques précédents. En considérant un élément fini  $e$  de la structure, la quantité globale d'énergie dissipée est définie en fonction des énergies de déformation des éléments et du facteur de perte spécifique par :

$$\Delta U_d^e = \Psi_{xx} U_{xx}^e + \Psi_{yy} U_{yy}^e + \Psi_{zz} U_{zz}^e + \Psi_{xy} U_{xy}^e + \Psi_{yz} U_{yz}^e + \Psi_{zx} U_{zx}^e \quad (2-18)$$

La quantité d'énergie dissipée  $\Delta U_d$  est calculée en additionnant celles de chaque élément et est définie par l'équation :

$$\Delta U_d = \sum_{\text{elements}, e} \Delta U_d^e \quad (2-19)$$

Enfin, le facteur de perte global, pour chaque mode propre, peut être calculé en divisant l'énergie dissipée totale ( $\Delta U_d$ ) par l'énergie de déformation totale ( $U$ ) :

$$\Psi_i = \frac{\Delta U_d}{U} = 2\pi\eta_i \quad (2-20)$$

## 2.4. Conclusions

En conclusion, ce chapitre présente la méthodologie de sélection, le choix des constituants du composite ainsi que le choix du capteur à intégrer au sein du matériau. Le critère de choix est basé sur la réalisation d'un matériau intelligent biosourcé et recyclable présentant des propriétés mécaniques intéressantes et permettant aussi la récupération des capteurs intégrés en fin de cycle de vie. Ainsi, le choix est orienté vers la réalisation d'un composite avec une résine thermoplastique renforcée par des fibres de lin. Ce composite est un matériau partiellement biosourcé non biodégradable, mais recyclable grâce à la matrice thermoplastique. La matrice utilisée dans cette étude est la résine liquide et thermoplastique «Elium». C'est la première résine thermoplastique et recyclable adaptée aux procédés RTM (Resin Transfer Molding). Ainsi, le procédé d'infusion de résine (LRI, Liquid Resin Infusion) a pu être utilisé pour la fabrication des composites intelligents. Une étude approfondie de la littérature a permis de mettre en évidence l'intérêt de l'utilisation de la résine Elium et des fibres de lin. Le choix de cette fibre s'avère être intéressant pour la réalisation des composites biosourcés et ceci grâce à leurs excellentes propriétés mécaniques et vibratoires. Le choix du capteur à intégrer est aussi discuté dans ce chapitre. Il est porté sur la piézo-céramique PIC255 qui présente une température de curie extrêmement élevée, une permittivité élevée, un facteur de couplage élevé et une constante de charge élevée. Ce capteur est utilisé pour identifier, suivre les mécanismes d'endommagement et évaluer l'état de santé in situ et en temps réel. Un procédé permettant la récupération de ces capteurs en fin de cycle de vie et le recyclage de déchets composites est développé. Le recyclage des déchets de la résine et des composites est effectué par thermocompression. Plusieurs nombres de cycles de recyclages sont appliqués aux matériaux. Tous les matériaux étudiés sont testés au moyen des essais de traction (statique, fatigue) et des essais de vibration. Les protocoles expérimentaux sont développés dans ce chapitre.

# CHAPITRE 3. CONTRÔLE DE SANTÉ INTEGRÉ DES COMPOSITES

## Sommaire

3.1. Introduction .....	78
3.2. Comportement en traction statique des composites intelligents .....	78
3.3. Comportement en traction en fatigue des composites intelligents .....	80
3.3.1. Évolution des propriétés mécaniques .....	80
3.3.2. Amortissement en fatigue .....	81
3.3.2.1. Cycle d'hystérésis .....	81
3.3.2.2. Facteur d'amortissement .....	82
3.3.3. Durée de vie .....	83
3.4. Étude des mécanismes d'endommagement .....	87
3.4.1. Observation des faciès de rupture .....	87
3.4.2. Identification et suivi des mécanismes d'endommagement par émission acoustique .....	89
3.4.2.1. Suivi des essais de traction statique par EA .....	89
3.4.2.2. Suivi des essais de traction en fatigue par EA .....	95
3.5. Comportement vibratoire des composites .....	97
3.5.1. Comportement vibratoire des composites biosourcés : revue de la littérature .....	98
3.5.2. Effet de l'intégration des capteurs sur le comportement vibratoire .....	99
3.5.3. Effet de la position du capteur sur le comportement vibratoire .....	101
3.6. Récupération des capteurs en fin de cycle de vie .....	103
3.7. Conclusions .....	106

## Résumé

Ce chapitre présente une étude sur le contrôle de l'état de santé des composites thermoplastiques renforcés par des fibres de lin et incorporant des capteurs piézoélectriques. Des éprouvettes à fibres unidirectionnelles de lin/Elium avec et sans capteurs piézoélectriques intégrés ont été fabriquées et testées en traction et en vibration. Les essais de traction en statique et en fatigue ont été suivis par la technique d'Emission Acoustique (EA), dans le but d'identifier les différents mécanismes d'endommagement et de suivre leur évolution jusqu'à la rupture des composites. L'effet de l'intégration et de la position du capteur sur les propriétés statiques et dynamiques des matériaux a été étudié. Les résultats obtenus montrent la faisabilité d'intégrer le capteur au sein du biocomposite sans affecter significativement ses propriétés mécaniques.

L'analyse des données l'EA montre que les matériaux avec capteurs intégrés sont plus sensibles aux signaux d'EA améliorant ainsi l'identification des mécanismes d'endommagement et le contrôle de santé intégré des matériaux composites. Enfin, ce chapitre donne aussi la possibilité de séparation (recyclage) des capteurs des composites en fin de cycle de vie. Les capteurs piézoélectriques peuvent ainsi être réutilisés lors d'une deuxième application permettant de minimiser les coûts d'inspection et de maintenance des structures composites.

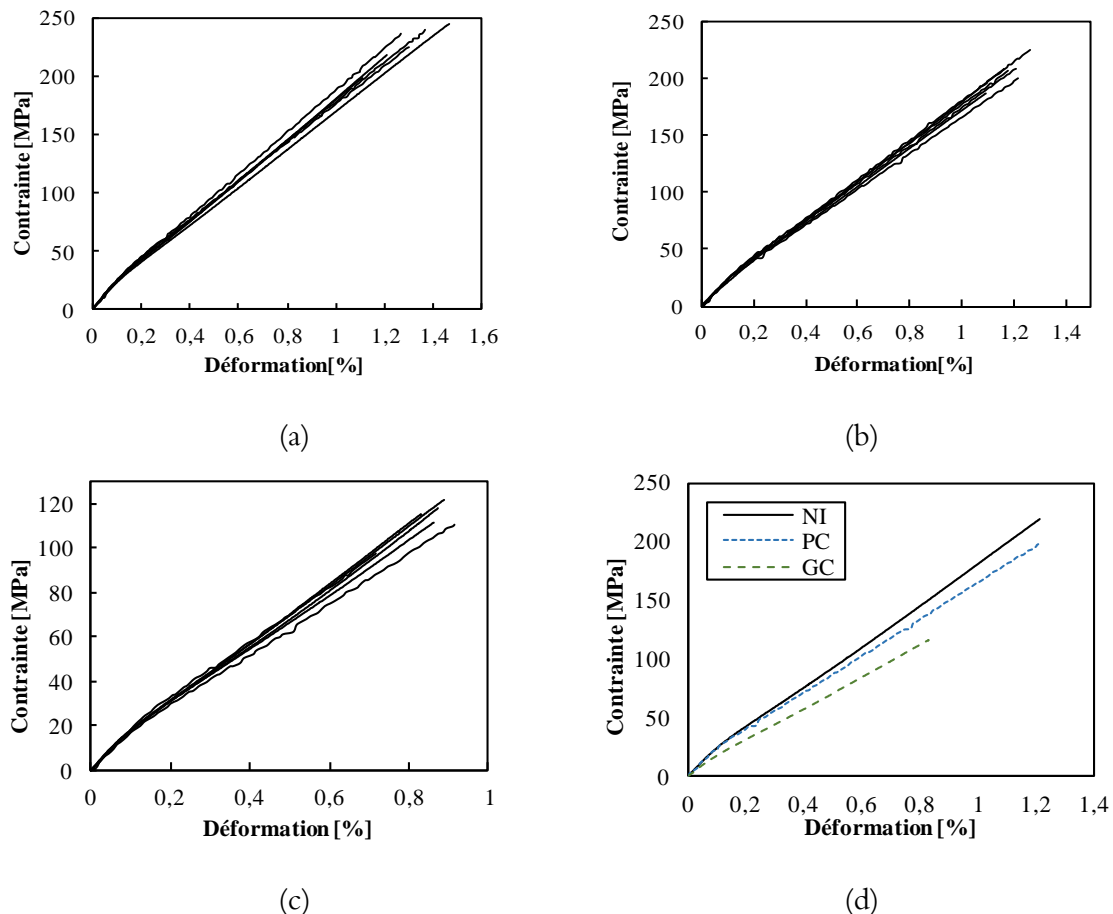
### 3.1. Introduction

Inspiré des technologies du Contrôle Non Destructif (CND), un système appelé SHM (Structural Health Monitoring ou contrôle de santé structurale) permet d'évaluer l'état de dégradation d'une structure, ici le composite, et de suivre l'évolution de l'endommagement. Accompagné des systèmes de traitement statistiques, ils permettent aussi de réduire les coûts d'inspection et de maintenance. Donc la méthode de contrôle de santé structurale propose à la fois une solution économique, commerciale et sécuritaire pour les industriels. L'utilisation de cette technique est au cœur de la recherche européenne. Par exemple, le projet SARIATSU (Smart Intelligent Aircraft Structures) [180], équipé d'un budget de 50 millions euros de 2011 à 2017, a été développé dans le but de réduire les couts de trafic aérien en minimisant la maintenance, à l'aide de l'implantation, dès la conception, des capteurs piézoélectriques des systèmes SHM. Dans ce contexte, nous proposons, dans ce chapitre, d'étudier l'effet d'intégration des capteurs piézoélectriques sur le comportement mécanique des composites biosourcés. Différents essais de traction en statique, en fatigue ainsi qu'en vibration ont été réalisés. Des éprouvettes instrumentées avec des capteurs de différentes tailles piézoélectriques ont été testées afin d'étudier l'effet de l'intégration, de la taille ainsi que la position du capteur sur le comportement du composite. Ces essais ont été accompagnés et suivis par la technique d'EA, dans le but d'identifier les différents mécanismes d'endommagement et de suivre leur évolution jusqu'à la rupture des composites (avec et sans capteurs intégrés).

### 3.2. Comportement en traction statique des composites intelligents

Dans ce chapitre, les dénominations suivantes sont utilisées : NI (éprouvette non instrumentée en volume), PC (éprouvette instrumentée en volume avec un petit capteur) et GC (éprouvette instrumentée en volume avec un grand capteur). Des éprouvettes de dimension  $250 \times 30 \times 3 \text{ mm}^3$  sont sollicitées en traction afin de déterminer les principales propriétés décrivant le comportement élastique et à la rupture des différents matériaux. Le protocole expérimental est détaillé dans le *chapitre 2 section 2.3.1*. Les résultats de ces essais sont présentés en figure 3.1. Ces figures présentent l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation de l'ensemble des éprouvettes testées. Nous constatons que toutes les éprouvettes présentent un comportement mécanique similaire, caractérisé par la présence de deux zones. La première zone définit le domaine élastique du matériau, permettant la détermination des caractéristiques élastiques de chaque éprouvette. Ce domaine est très restreint car la limite élastique est très faible (déformation d'environ 0,15% et contrainte aux alentours de 30 MPa). La deuxième zone apparait après cette

valeur dans laquelle la courbe subit une évolution quasi-linéaire jusqu'à la rupture. Le changement de la linéarité entre les deux zones met en évidence l'apparition des endommagements par le développement de microfissures au sein du matériau. Les résultats de la figure 3.1.d montrent que l'insertion du grand capteur (diamètre 10 mm et épaisseur 1 mm) agit, d'une façon très significative, sur les caractéristiques mécaniques du matériau. Par contre, une légère dégradation des propriétés statiques est constatée dans le cas des éprouvettes avec des petits capteurs (diamètre 5 mm et épaisseur 0,5 mm).



**Figure 3. 1. Courbes contraintes/déformation : a) éprouvettes non instrumentées (NI), b) éprouvette instrumentée avec le petit capteur (PC), c) éprouvette instrumentée avec le grand capteur (GC) et d) effet de l'intégration des capteurs sur le comportement en statique**

Le tableau 3.1. présente les principales propriétés mécaniques obtenues lors des essais de traction en statique pour l'ensemble des composites. Il montre que le module de Young, la contrainte et la déformation à la rupture diminuent lorsque la taille du capteur augmente. Cette diminution est due aux défauts et discontinuités créés par la présence du grand capteur au sein du matériau ce qui provoque une singularité importante dans les éprouvettes GC. Par contre, une légère dégradation des propriétés statiques est observée dans les éprouvettes PC.

Tableau 3. 1. Propriétés mécaniques des différents types d'éprouvettes étudiées (NI, PC et GC)

Matériau	$E$ (GPa) (Écart Type)	$\sigma_R$ (MPa) (Écart Type)	$\epsilon_R$ (%) (Écart Type)
NI	23,80 (1,50)	228 (15)	1,28 (0,10)
PC	22,55 (0,85)	206 (12)	1,19 (0,06)
GC	18,75 (1,75)	112 (20)	0,84 (0,28)

### 3.3. Comportement en traction en fatigue des composites intelligents

#### 3.3.1. Évolution des propriétés mécaniques

Le phénomène de fatigue cyclique est souvent rencontré dans nombreuses applications industrielles exposées à des sollicitations cycliques ou sollicitations en vibration. Ce phénomène est caractérisé par la dégradation progressive d'un matériau soumis à un grand nombre de cycles de chargements fluctuants ou répétés. Ce type de sollicitation génère l'apparition et le développement des microfissures responsables de la rupture brutale des structures.

Afin d'étudier l'effet de l'implant piézoélectrique sur les propriétés en fatigue et donc sur la durée de vie du composite unidirectionnelle lin/Elium, nous avons effectué des essais de traction en fatigue cyclique. Le niveau de chargement de 90% ( $r = F_{\max}/F_R$ ) est maintenu constant pour les trois types d'éprouvettes (NI, PC et GC). Les essais ont été réalisés avec le dispositif expérimental décrit dans le *chapitre 2 section 2.3.2* avec une charge contrôlée utilisant une forme d'onde sinusoïdale d'une fréquence de 10 Hz. Généralement, la tenue en fatigue d'une structure composite est interprétée par l'évaluation de la rigidité du matériau au moyen des chargements cycliques. La rigidité est calculée par le rapport du déplacement maximal initial et le déplacement maximal à chaque cycle ( $d_{0\max}/d_{\max}$ ). Elle est reportée en figure 3.2. pour les trois éprouvettes en fonction du nombre de cycle avec une échelle semi logarithmique. L'ensemble des éprouvettes testées ont rompus avant 1 million de cycles.

Pour les différents matériaux étudiés (NI, PC, et GC), nous constatons que la perte de rigidité se déroule en trois phases. Dans la première phase, une diminution importante du rapport  $d_{0\max}/d_{\max}$  est observée dès les premiers cycles de fatigue. Cette phase est caractérisée par l'apparition et multiplication des microfissures dans le composite lors de la mise en chargement du matériau. Dans le cas de l'éprouvette GC (éprouvette avec un grand capteur), cette phase est plus importante que pour les autres éprouvettes. L'échantillon GC perd 15% de la rigidité au cours des 100 premiers cycles, alors que les éprouvettes PC et NI n'en perdent que 7%. Dans la



deuxième phase, la diminution de la rigidité devient progressive pendant pratiquement toute la durée de l'essai. Cette phase correspond à la quasi-totalité de la durée de vie et caractérisée par une propagation stable des mécanismes d'endommagement. Enfin, la troisième phase très courte qui précède de peu la rupture totale des éprouvettes, la perte de rigidité s'accélère brutalement à cause de l'apparition des fissures beaucoup plus localisées. Cela conduit ainsi à l'apparition des macro-fissures, des décohésions fibre/matrice, du délaminage et aussi la rupture des fibres ce qui conduit à la rupture totale du matériau. La rupture totale des échantillons GC se produit pour environ 5000 cycles de fatigue. Tandis que pour les stratifiés NI et PC, la rupture a lieu après 10000 cycles. Ceci révèle l'effet des dimensions du capteur intégré sur le comportement et la durée de vie en fatigue du composite lin/Elium. La concentration des contraintes au niveau de la cavité créée par le grand capteur à une influence importante sur les propriétés relatives à la rigidité et sur la manière dont l'endommagement évolue au cours du temps.

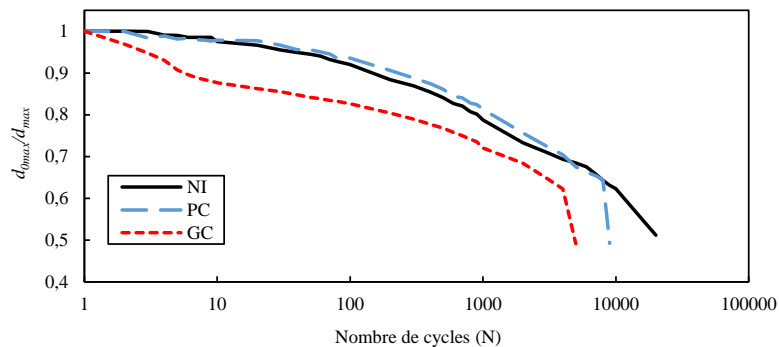


Figure 3. 2. Evolution de la rigidité en fonction du nombre de cycles au cours des essais de traction en fatigue pour les trois types d'éprouvettes NI, PC et GC.

### 3.3.2. Amortissement en fatigue

#### 3.3.2.1. Cycle d'hystérésis

Lors d'un essai de fatigue, 100 points expérimentaux ont été enregistrés pour chaque cycle de charge/décharge. A titre d'illustration, la figure 3.3. présente les courbes de la charge en fonction du déplacement pour un nombre de cycles de  $10$ ,  $10^2$ ,  $10^3$  et  $10^4$  avec un niveau de chargement égale à  $0,9$  pour une éprouvette PC. Pour mieux visualiser les courbes, une translation des données suivant l'axe de déplacement a été effectuée. Les résultats de la figure 3.3. permette de constater que la surface intérieure de la boucle d'hystérésis diminue lorsque le nombre de cycles augmente. Cette évolution peut s'expliquer par une forte activité des mécanismes d'endommagements au début des essais, notamment au niveau de l'interface fibre/matrice. Ensuite, la densité des microfissures se trouve généralement dans un état de saturation [181]. Les fibres de lin contribuent ainsi à l'évolution d'endommagement d'une

manière progressive à cause de leur microstructure complexe [182,183]. Dans ce contexte, Silva et al. [184] ont étudié la cinétique d'endommagement dans les fibres naturelles en fatigue, notamment la fibre de sisal. Ils ont montré que l'endommagement des fibres commence par le changement de la forme des cellules fibreuses qui passent de la forme initiale circulaire à la forme finale ovale. De plus, les microfissures qui se produisent dans la paroi secondaire évoluent vers les lamelles moyennes et provoquent un délaminage entre les cellules fibreuses adjacentes. Ensuite, des microfissures se développent dans les couches de la paroi cellulaire, entraînent ainsi la ruine du lien entre tous les composants de la fibre.

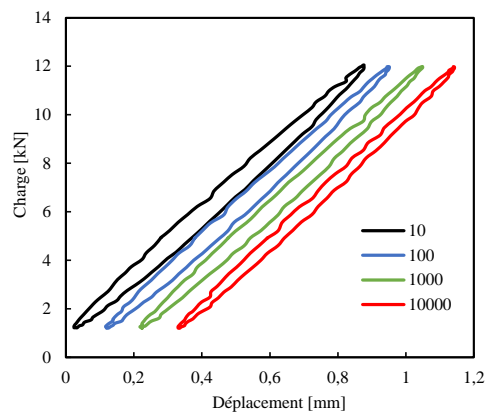


Figure 3.3. Evolution du cycle d'hystérésis pour une éprouvette PC avec un niveau de chargement de 90%

### 3.3.2.2. Facteur d'amortissement

Pour un essai de fatigue, l'analyse des données du cycle d'hystérésis représente un moyen utile pour suivre et interpréter l'évolution de l'état d'endommagement d'un matériau. Comme mentionnée dans le *chapitre 2 section 2.3.2.3*, la zone délimitée par chaque boucle d'hystérésis nous permet de calculer les caractéristiques énergétiques, notamment les énergies dissipée et potentielle. Par exemple, l'énergie dissipée  $E_d$  est calculée par la surface intérieure du cycle d'hystérésis. L'énergie potentielle maximale  $E_p$  est donnée par la surface située sous la partie de chargement. Par la suite, ces deux énergies sont utilisées pour calculer le coefficient d'amortissement en fatigue, qui est le rapport de l'énergie dissipée et l'énergie potentielle (à  $2\pi$  près). Le dimensionnement en fatigue par une approche énergétique, permet d'estimer la limite d'endurance du composite. De plus, ces grandeurs énergétiques présentent un indicateur d'endommagement qui permet de quantifier les irréversibilités microstructurales qui influent sur les caractéristiques macroscopiques du matériau.

Les figures 3.4. et 3.5. montrent l'évolution de l'énergie dissipée et du facteur d'amortissement en fonction du nombre de cycles pour un niveau de chargement égale à 0,9

pour les trois éprouvettes NI, PC et GC. Dans ces figures, l'abscisse est représentée en échelle logarithmique. La variabilité des résultats est donnée aussi sur ces figures par des barres d'erreurs.

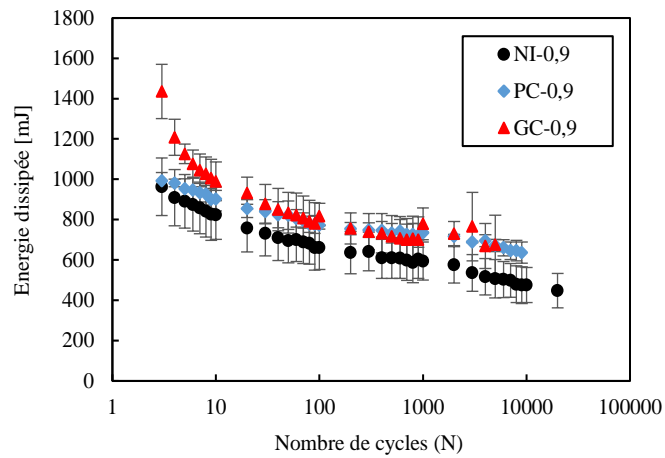


Figure 3.4. Evolution de l'énergie dissipée des éprouvettes NI, PC et GC en fonction du nombre de cycles (N) pour un niveau de chargement de 90%

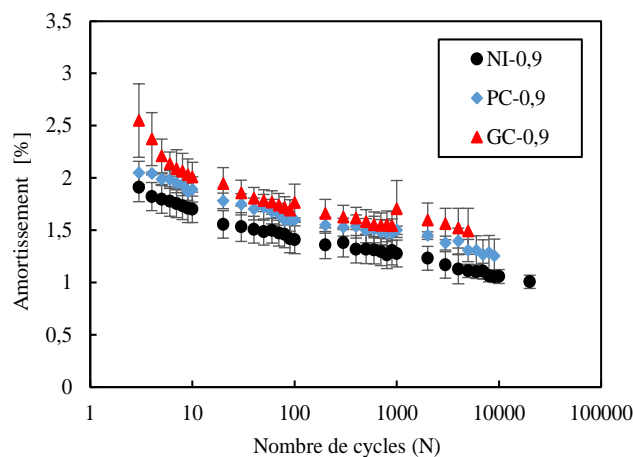


Figure 3. 5. Evolution de l'amortissement des éprouvettes NI, PC et GC en fonction de nombre des cycles (N) pour un niveau de chargement de 90%

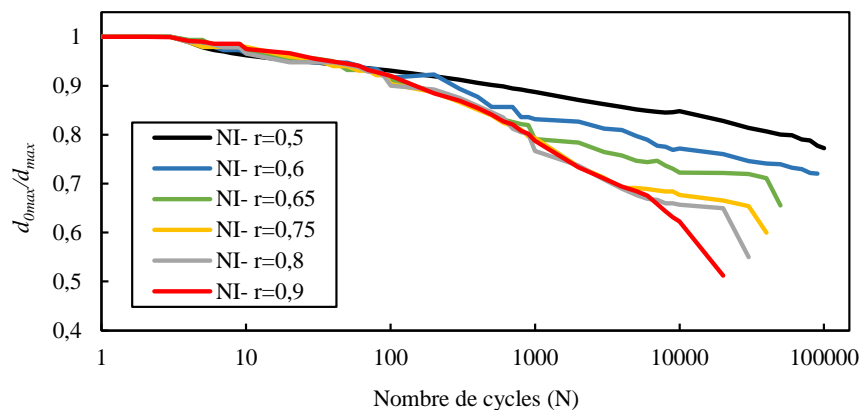
Les résultats obtenus montrent que, l'évolution de l'énergie dissipée en fonction du nombre de cycles est similaire pour les trois matériaux. La dissipation d'énergie est caractérisée par une chute rapide dans les premiers cycles et suivie d'une diminution progressive jusqu'à la rupture totale des matériaux. L'évolution de l'énergie dissipée des composites étudiés est similaire aux courbes de pertes de rigidité. L'effet de la taille du capteur intégré est nettement plus visible sur les premiers cycles que pour un nombre de cycles plus important. Pour un faible nombre de cycles, le composite avec un grand capteur intégré (GC) dissipe plus d'énergie que dans les cas de deux autres composites (NI et PC). Le facteur d'amortissement en fonction du nombre de cycles donné dans la figure 3.5. et montre une évolution analogue à celle de l'énergie dissipée. Ce coefficient subit une diminution très rapide dès les premiers cycles et ensuite une évolution

progressive et stable jusqu'à la rupture totale de l'éprouvette testée. Les variations obtenues au niveau de l'énergie dissipée et du facteur d'amortissement en fonction du nombre de cycles de fatigue peuvent être ainsi liées au comportement viscoélastique du composite lin/Elium ainsi que l'apparition et la propagation des fissures au sein du matériau. La chute initiale de ces grandeurs au cours des premiers cycles est la conséquence de l'apparition des premiers défauts irréversibles, tels que les microfissures dans la matrice. Des décohésions fibre/matrice peuvent aussi être présentes dans l'éprouvette GC, au niveau de la cavité créée par le capteur. Cela explique la diminution plus sévère du coefficient d'amortissement dans le cas de cette éprouvette.

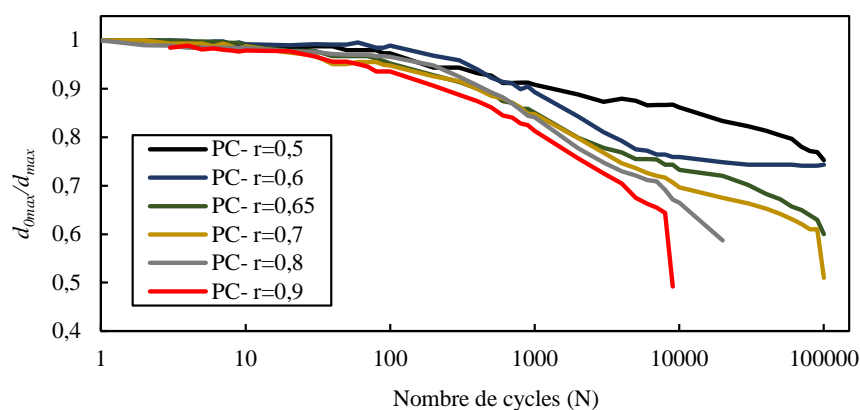
En statique, une dégradation des propriétés mécaniques est observée dans le cas d'intégration du grand capteur. De façon analogue, l'analyse des résultats des essais de fatigue montre que les propriétés du matériau et particulièrement la durée de vie, sont sensibles à la taille du capteur. L'intégration du petit capteur influe légèrement sur les propriétés du composite par rapport à l'éprouvette avec le grand capteur qui a des propriétés qui se dégradent avec la fatigue. De ce fait, ces résultats nous conduisent, dans le reste des travaux, à n'étudier que les éprouvettes NI et PC pour la construction des courbes de Wöhler et le suivi des endommagements par émission acoustique.

### 3.3.3. Durée de vie

Pour mettre en évidence l'effet de l'intégration du capteur au sein du composite sur la durée de vie (courbe de Wöhler), les essais de fatigue sont réalisés à différents niveaux de chargement sur les éprouvettes avec et sans capteur intégré (NI et PC). La variation du rapport ( $d_{0max}/d_{max}$ ) en fonction du nombre de cycles de fatigue (en échelle semi-logarithmique) pour différents niveaux de chargement ( $r$ ) est présentée sur la figure 3.6. Les résultats montrent un comportement similaire pour les deux éprouvettes NI et PC et pour chaque niveau de chargement. La perte de rigidité caractérisée par le rapport  $d_{0max}/d_{max}$  se déroule en trois phases. Dans un premier temps, une diminution brutale dès les premiers cycles est observée. Cette phase peut être associée à la déformation élastique des parois cellulaires des fibres ainsi qu'à l'initiation et à la multiplication des endommagements dans le composite. Dans la deuxième phase, cette diminution devient ensuite progressive, correspondant à la quasi-totalité de la durée de l'essai. Cette phase correspond à une évolution stable des mécanismes d'endommagement. Enfin, la troisième phase avec une chute brutale de la rigidité jusqu'à la rupture totale. Cette phase correspond à l'apparition des fissures beaucoup plus localisées conduisant à la rupture totale du matériau.



(a)



(b)

Figure 3.6. Courbes représentatives de l'évolution du déplacement  $d_{0max}/d_{max}$  en fonction du nombre de cycles pour différents niveaux de chargement  $r$  : a) éprouvettes NI et b) éprouvettes PC

Lors des essais de fatigue effectués sur les éprouvettes en composite (NI et PC), la rupture totale n'est pas toujours observée notamment pour des niveaux de chargements faibles. Par conséquent, trois critères de durée de vie sont considérés à partir des courbes donnant l'évolution de la rigidité en fonction du nombre de cycles. Pour la construction des courbes de Wöhler, les critères utilisés sont notés  $N_{10}$ ,  $N_{15}$  et  $N_{20}$  qui correspondent respectivement à des chutes de 10%, 15% et 20% de la rigidité par rapport à celle mesurée au premier cycle. Une comparaison entre les courbes de Wöhler du composite sans capteur (NI) à celle du composite avec capteur intégré (PC) est donnée dans la figure 3.7. Ces courbes expriment la durée de vie en fonction du niveau de chargement et permettent de déterminer les performances des matériaux en fatigue.

Malgré une dispersion des valeurs de la durée de vie, les résultats obtenus montrent que la durée de vie diminue lorsque le niveau de chargement augmente. Les points expérimentaux peuvent être interpolés par des fonctions linéaire en logarithmique et données par :

$$r = \frac{F_{max}}{F_r} = A - B \log(N) \quad (3.1)$$

Avec  $F_{max}$  est la charge maximale appliquée,  $F_r$  est la charge à la rupture en statique,  $N$  est la durée de vie,  $A$  et  $B$  des constantes d'interpolation. Le coefficient  $A$  est l'ordonnée à l'origine et doit correspondre à la charge à la rupture obtenue en statique. Le coefficient  $B$  représente la pente de la droite d'endurance du matériau qui décrit le taux de dégradation de la rigidité du matériau. C'est un paramètre très utile permettant de définir la performance en fatigue tout au long de la durée de vie. En effet, le matériau avec le coefficient  $B$  le plus faible présente la durée de vie la plus longue et le taux d'endommagement le plus faible. L'équation 3.1 a été utilisée par de nombreux chercheurs afin de décrire le comportement en fatigue des matériaux composites [185,186]. La détermination des paramètres de cette équation permet de mieux décrire la tenue en fatigue des matériaux. Les valeurs des paramètres  $A$  et  $B$  sont données dans le tableau 3.2.

L'analyse des résultats obtenus montre que le paramètre  $A$  présente des valeurs proches de niveau de chargement maximal ( $r=100\%$ ). En effet, lorsque le chargement est voisin de celui de la rupture en statique, la rupture est obtenue dès les premiers cycles. Cependant pour des faibles niveaux de chargement, la rupture est obtenue pour des nombres de cycles plus élevés. Les valeurs du paramètre  $B$  des deux matériaux (NI et PC) sont très proches (Tab 3.2.), une variation très faible d'environ 1,4 % est observée. Ce résultat indique que la dégradation des matériaux lors des essais de fatigue représentée par le paramètre  $B$  est indépendante de l'intégration du capteur dans le composite.

La nature des essais de fatigue se caractérisent souvent par une dispersion des résultats comme le montrent les résultats de la figure 3.7. et du tableau 3.2. Cette dispersion est liée à plusieurs paramètres comme la variabilité des propriétés ultimes des éprouvettes, les conditions expérimentales, la fraction volumique, les défauts de fabrication ainsi que les conditions climatiques. La rupture en fatigue dépend d'un ensemble de processus aléatoires qui traduit une dispersion dans les valeurs de la durée de vie pour différentes éprouvettes soumises à un même niveau de chargement  $r$  et sollicitées dans les mêmes conditions. En augmentant le nombre des échantillons testés, la dispersion et l'écart type peuvent être réduits, mais la tendance observée ne devrait pas changer de manière significative sur plusieurs ordres de grandeur dans la durée de vie.

En conclusion, la durée de vie en fatigue de l'éprouvette avec capteur intégré est relativement proche de celle sans capteur. Ce constat montre la faisabilité d'intégrer un petit capteur au sein du composite lin/Elium sans trop dégrader ses propriétés en fatigue. Ce capteur

va servir par la suite à contrôler et suivre les endommagements au sein du matériau par la technique de l'émission acoustique intégrée.

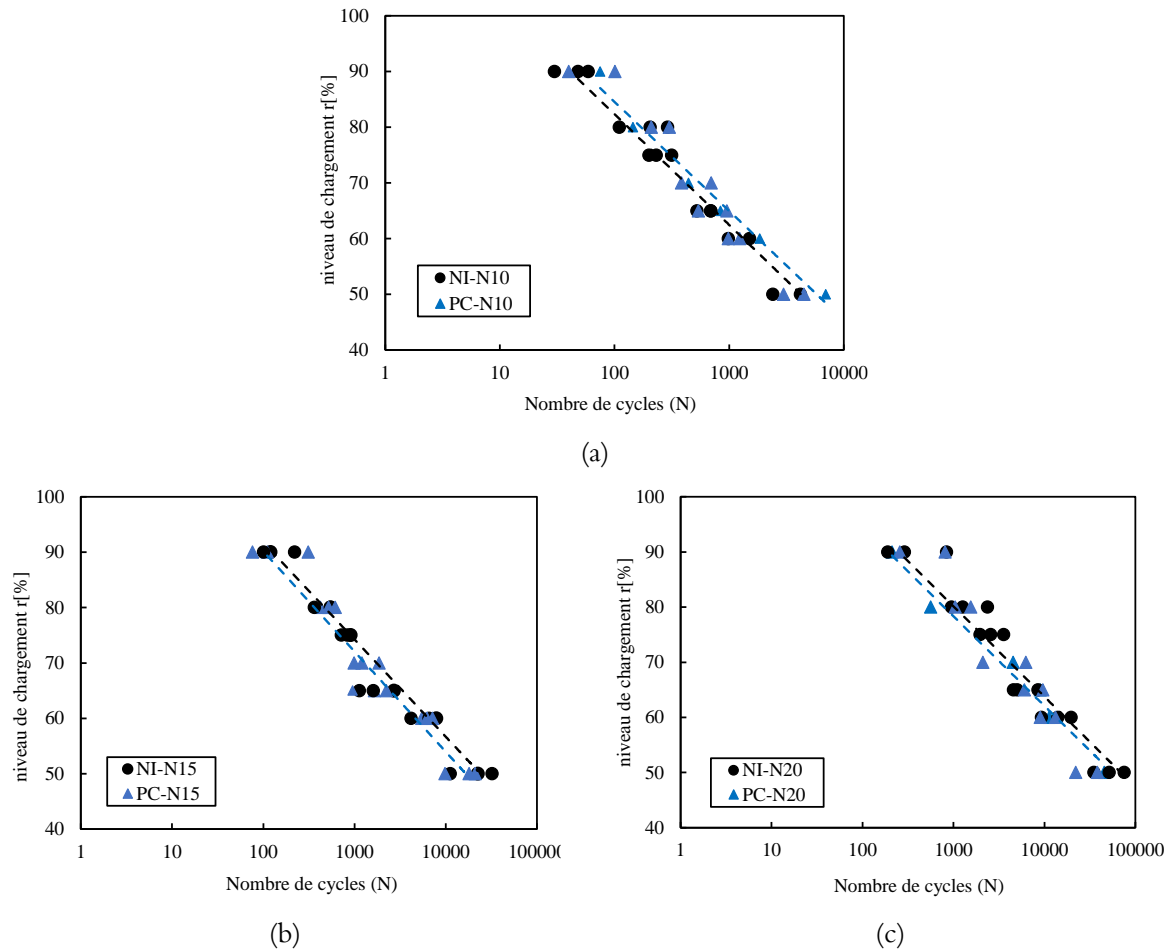


Figure 3.7. Courbes de Wöhler des composites NI et PC : a)  $N_{10}$ , b)  $N_{15}$  et c)  $N_{20}$

Tableau 3.2. Coefficients  $A$  et  $B$  pour différents critères de durée de vie  $N_{10}$ ,  $N_{15}$  et  $N_{20}$

Critère	$N_{10}$		$N_{15}$		$N_{20}$	
	NI	PC	NI	PC	NI	PC
$A$	122	124	126	126	130	127
$B$	8,6	8,5	7,6	7,8	7,1	7,1

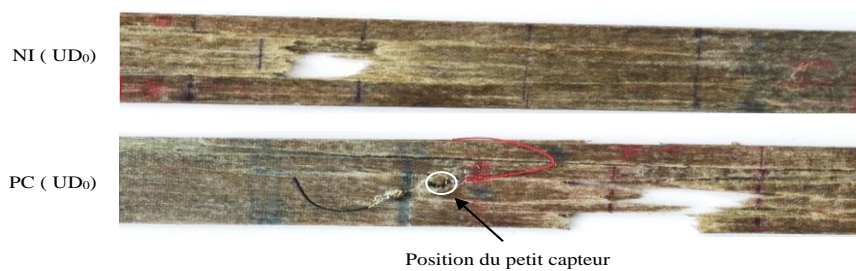
### 3.4. Étude des mécanismes d'endommagement

#### 3.4.1. Observation des faciès de rupture

Conjointement à l'étude de l'effet des dimensions des capteurs sur le comportement mécanique du composite lin/Elium, des analyses macroscopiques des profils de rupture ont été réalisées. Les faciès de rupture des différentes éprouvettes ont été inspectées par des observations visuelles et à l'aide d'une loupe binoculaire afin d'étudier les principaux mécanismes

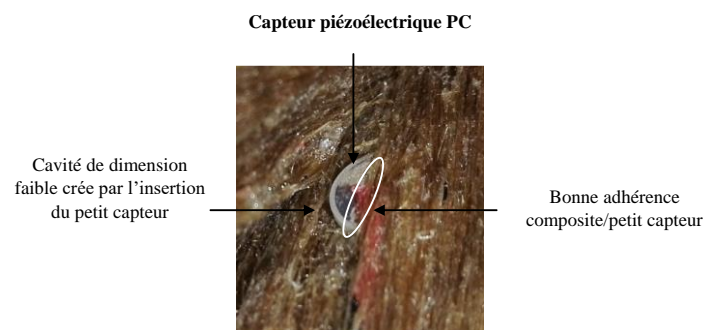
d'endommagement survenant et comprendre l'effet d'insertion des capteurs sur le comportement mécanique du composite.

Les faciès de rupture des différentes éprouvettes (NI et PC) sont présentés sur la figure 3.8. Visuellement, les deux éprouvettes NI et PC montrent des mécanismes de rupture similaires. On remarque que la rupture est longitudinale dans ces deux matériaux. Aussi un blanchissement des composites à proximité de la zone de rupture est observé. Il est la conséquence d'une forte plastification de la matrice et la rupture ou le déchaussement de nombreuses fibres. Des surfaces de délaminage entre les différents plis sont observables dans tous les échantillons. Pour l'éprouvette PC, la zone de rupture est observée loin de la position du capteur.



**Figure 3. 8. Rupture des éprouvettes NI et PC**

La figure 3.9 présente une photo prise avec une caméra de la zone d'intégration du petit capteur dans le composite Lin/Elium. Elle montre une parfaite adhésion entre le capteur piézoélectrique et les plis du biocomposite lin/Elium. La cavité créée par ce capteur est négligeable et n'influe pas ou peu sur le comportement du matériau. La zone d'insertion du capteur piézoélectrique n'est pas endommagée et aucune fissure n'est observée. Par contre, du fait de la taille du capteur, une cavité présentant une dimension plus importante a été créée par l'insertion du grand capteur. Des concentrations des contraintes se présentent dans cette zone ce qui privilège l'initiation de microfissures et donc une dégradation des propriétés mécaniques.



**Figure 3.9. Photo de la section transversale autour du petit capteur**



### 3.4.2. Identification et suivi des mécanismes d'endommagement par émission acoustique

Afin d'identifier les mécanismes d'endommagement du composite à fibres unidirectionnelles lin/Elium, les essais de traction en statique et en fatigue décrits précédemment ont été réalisés avec un suivi des mécanismes d'endommagement par émission acoustique (EA). Les essais ont été effectués avec le dispositif expérimental décrit dans le protocole expérimental en *chapitre 2 section 2.3.3*. Une comparaison, entre les signaux acoustiques collectés par le petit capteur intégré et ceux détectés par un capteur piézoélectrique conventionnel collé sur la surface de l'éprouvette a été effectuée dans cette partie.

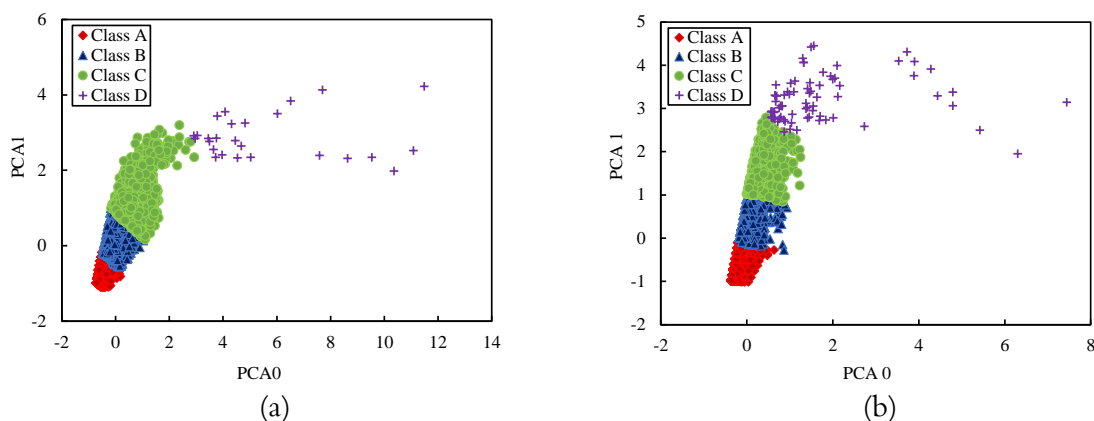
#### 3.4.2.1. Suivi des essais de traction statique par EA

Pour étudier l'endommagement de composites avec capteur intégré et capteur collé, les essais mécaniques ont été répétés avec un suivi par émission acoustique. Dans le cas des éprouvettes instrumentées en surface, un capteur piézoélectrique ayant une bande passante de 100 kHz à 1 MHz, fournis par la société Mistras a été utilisé. Un gel de couplage a été utilisé pour permettre la propagation des signaux acoustiques du matériau vers les capteurs. Celui-ci a été positionné et fixé sur l'éprouvette au moyen d'une pince de maintien. Les évènements acoustiques ont été enregistrés pendant l'essai avec une fréquence d'acquisition de 5 MHz. Suite à des essais préliminaires sur les deux matériaux (NI et PC), tous les signaux possédant une amplitude inférieure à 38 dB ont été filtrés pour éviter les bruits parasites extérieurs. Deux préamplificateurs de gain 40 dB ont été utilisés. L'acquisition a été réalisée via le logiciel AE-Win. De plus, des essais de "cassé de mine" ont été effectués avant chaque essai pour s'assurer du bon fonctionnement de la chaîne d'acquisition et la bonne définition des paramètres d'acquisition.

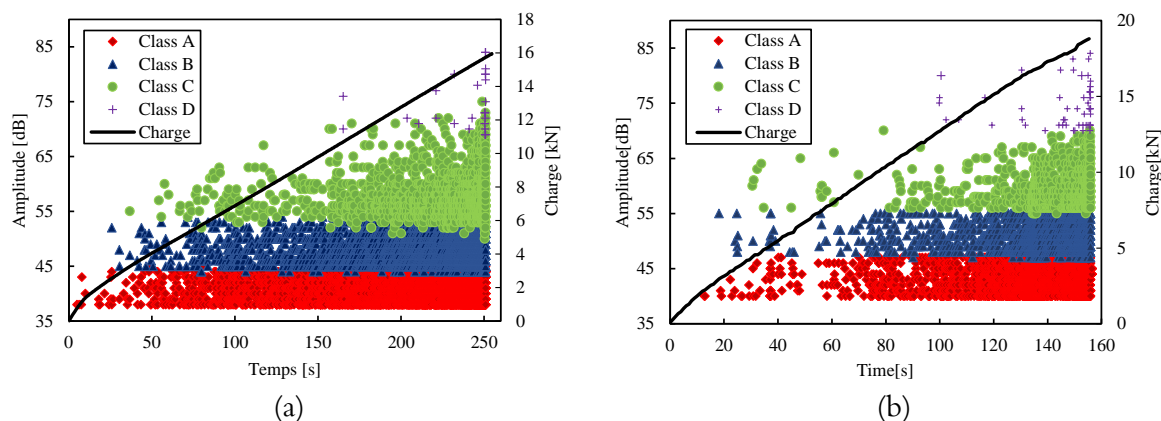
Afin d'identifier les signaux acoustiques générés par les mécanismes d'endommagement potentiels des composites lin/Elim, une analyse par la méthode de K-moyennes [174] via le logiciel de traitement Noesis [173] a été effectuée. Cette méthode permet de séparer une population de  $n$  évènements en un nombre optimal de  $k$ -classes. Chaque évènement appartient à la classe présentant les propriétés moyennes les plus proches selon les différents paramètres de classification choisis. Dans un premier temps, les données ont été centrées et réduites pour pouvoir être comparées malgré les différentes unités. Une fois les données normalisées, l'algorithme des k-moyennes [174] peut alors être appliqué. Cinq paramètres de salve acoustique ont été retenus pour la classification : l'amplitude maximale (dB), temps de montée (ms), durée (ms), l'énergie absolue (atto-joules), nombre de coups au pic. Le nombre optimal de classe a été obtenu en minimisant le coefficient de Davies et Bouldin [175]. Afin de se rendre compte de la

séparation ou du chevauchement éventuel des différentes classes, les données d'EA sont projetées dans le plan porté par les deux composantes principales de plus fort poids. Cette Analyse en Composantes Principales (ACP) permet de réduire l'espace des données étudiées à un plan, en effectuant une projection permettant de conserver au maximum la variance.

Les figure 3.10. à 3.12. présentent les résultats de la classification effectuée des différents signaux EA collectés au cours des essais des deux composites avec et sans capteur intégré (PC et NI). Ces figures illustrent une analyse en composantes principales (ACP) (Fig 3.10.), la distribution d'amplitude associé à l'évolution de la charge en fonction de temps (Fig 3.11.) et l'évolution du nombre de coups cumulés, des différentes classes acoustiques détectées, en fonction du temps (Fig 3.12.).



**Figure 3.10. Visualisation par ACP de la classification obtenue par la méthode des  $k$ -moyennes pour les composites Lin/Elium testés en traction statique : a) épreuve avec capteur collé (NI) et b) épreuve avec petit capteur intégré (PC)**



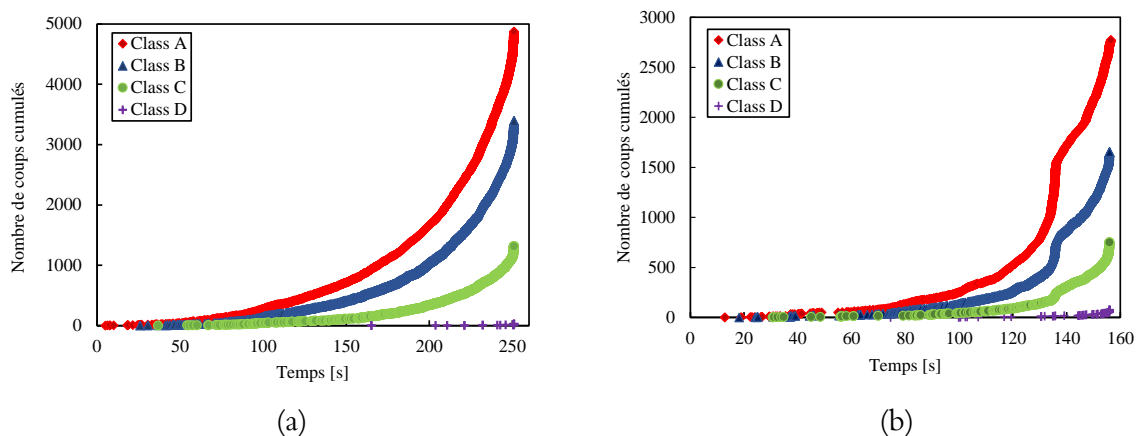
**Figure 3.11. Distribution de l'amplitude des signaux en fonction du temps au cours des essais de traction en statique pour les composites Lin/Elium : a) épreuve avec capteur collé (NI) et b) épreuve avec petit capteur intégré (PC)**

Pour les deux matériaux étudiés, la classification des signaux d'EA met en évidence la présence de quatre classes notées : classe A, classe B, classe C et classe D. La représentation de

l'ACP (Fig 3.10.) montre le regroupement des évènements acoustiques en quatre classes. Chaque groupe est bien défini, avec une concentration très importante pour les classes A, B et C.

Au cours des essais de traction statique, l'évolution des endommagements dépend du niveau de la charge appliquée qui augmente progressivement jusqu'à la rupture. Durant les trois quarts des essais, les amplitudes des signaux acoustiques détectés des échantillons PC et NI sont principalement comprises entre 38 et 70 dB (Fig 3.11.). Au début de l'essai, trois classes (notées A, B et C), présentant des caractéristiques d'amplitudes respectivement entre [38dB, 45dB], [45dB, 55dB] et [55dB, 75dB] apparaissent simultanément. A charge élevée, la distribution d'amplitude devient plus importante et est comprise entre 38 et 85 dB. A ce niveau de charge, une nouvelle classe apparait, notée classe D, qui contient des signaux très énergétiques avec des amplitudes supérieures à 75dB.

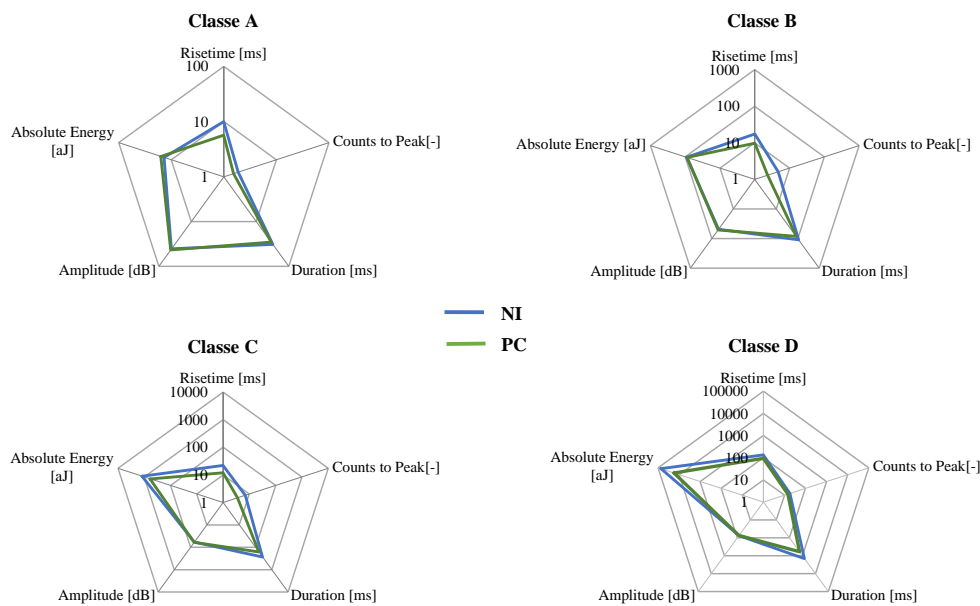
La chronologie d'apparition de chaque classe acoustique, des deux éprouvettes NI et PC, est présentée en figure 3.12. Ces courbes montrent que pour les deux matériaux, la classe A contient les signaux les plus dominants qui apparaissent dès le début des essais et évoluent jusqu'à la rupture du composite. Par contre, le classe D présente des signaux avec un nombre des coups cumulés plus faible que les autres classes. Le nombre de salves cumulées dans l'éprouvette NI est de l'ordre de 9600 alors que celui de l'éprouvette PC est de 5260. Malgré le faible nombre de salves détectées par le capteur intégré, comparé à l'éprouvette avec capteur collé, l'intégration du transducteur PIC 255 montre une plus forte réussite pour la détection et la séparation des classes d'émission acoustique intervenant dans le matériau. La valeur élevée des évènements détectés dans le cas de l'éprouvette NI peuvent être attribuées à l'échantillon lui-même qui peut présenter plus des défauts et de porosités existantes provenant du procédé de fabrication.



**Figure 3.12. Chronologie d'apparition des mécanismes d'endommagement au cours des essais de traction en statique des composites : a) éprouvette non instrumentée (NI) et b) éprouvette instrumentée avec le petit capteur (PC)**

Afin de comparer les formes des classes acoustiques (A, B, C et D) détectées par le capteur intégré de l'éprouvette (PC) et celles des classes détectées par le capteur piézoélectrique collé à la surface (NI), les propriétés moyennes des classes de chaque éprouvette ont été comparées ainsi que leur répartition statistique.

La figure 3.13. montre les valeurs moyennes des cinq paramètres de classification choisis (l'amplitude, temps de montée, durée, l'énergie absolue, nombre de coups au pic) des quatre classes collectées. Les résultats sont présentés par des diagrammes en "toile d'araignée". Ces figures servent à comparer les caractéristiques moyennes des salves de l'éprouvette PC à celles de l'éprouvette NI. De plus, selon les formes obtenues, elles permettent d'identifier rapidement les signatures acoustiques des différentes classes [187]. Nous constatons que les signatures acoustiques des quatre classes présentent une bonne similarité entre les deux éprouvettes. Ainsi, on peut supposer que la classe A obtenue dans l'éprouvette PC (de façon analogue pour les classes B, C et D) correspond bien à la classe A obtenue du matériau NI (de façon analogue pour les classes B, C et D). Ce résultat est particulièrement important pour pouvoir attribuer des mécanismes d'endommagement à des classes acoustiques collectées.



**Figure 3.13. Caractéristiques moyennes des quatre classes acoustiques détectées des éprouvettes NI et PC**

Par la suite, les distributions des caractéristiques des quatre classes obtenues dans les deux éprouvettes PC et NI ont été comparées. La figure 3.14. présente les résultats de comparaison sous forme de diagrammes à moustaches (diagramme de Turkey [188]). Cette figure représente l'étendue des propriétés des événements acoustiques et constitue une étude statistique des signaux détectés.

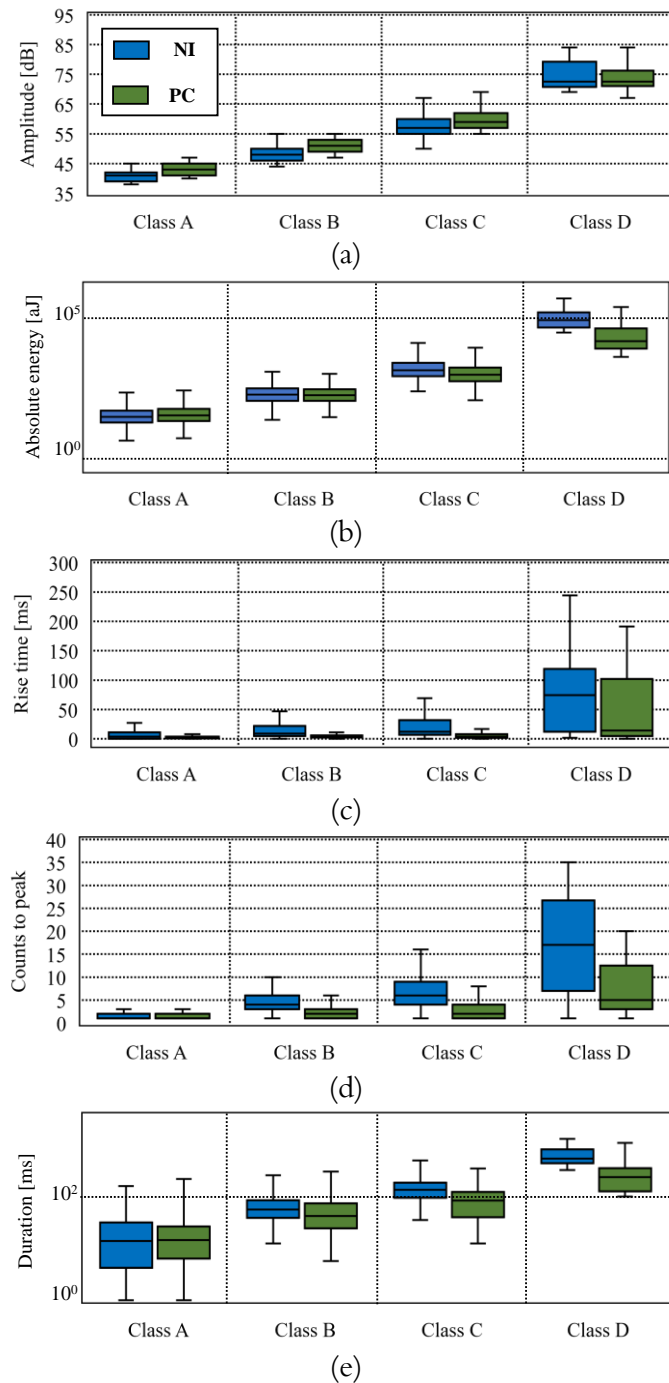


Figure 3. 14. Distributions des propriétés des quatre classes d'EA : a) Amplitude, b) Energie absolue, c) Temps de montée, d) Nombre de coups au pic et e) Durée.

En effet, les données acoustiques ont été fractionnées en quatre parties égales par trois quartiles ( $q_1$ ,  $q_2$ ,  $q_3$ ). Chaque partie représente 25% de données. Les barres de la boîte centrale, de haut en bas, représentent le premier quartile  $q_1$  et le troisième quartile  $q_3$ . La médiane qui traverse cette boîte correspond au deuxième quartile  $q_2$ . La boîte centrale présente les propriétés de 50% des salves acoustiques. Les pattes ajoutées aux extrémités de la distribution représentent les valeurs extrêmes des propriétés. Ainsi, les distributions des signaux des différentes classes pour

les deux éprouvettes (avec et sans capteur intégré) et pour les cinq classificateurs utilisés ont été représentées.

Une bonne similitude des distributions des propriétés des classes A, B et C entre les deux éprouvettes NI et PC a été remarquée. Par contre, malgré des caractéristiques moyennes très proches, les distributions de la classe D présentent une légère diversité entre les éprouvettes, notamment au niveau de l'énergie absolue, du nombre de coups au pic ainsi que pour la durée des signaux. D'après les caractéristiques moyennes des classes et leur distribution statistique, on peut conclure que le capteur intégré (éprouvette PC) au sein du matériau détecte les mêmes classes acoustiques que le capteur collé à la surface (éprouvette NI).

En conclusion, quatre classes acoustiques sont détectées dans les biocomposites avec et sans capteur intégré (PC et NI). Selon la chronologie d'apparition des défauts, la classe A, qui présente des amplitudes  $< 45$  dB, peut être associée à la microfissuration matricielle. Cette classe favorise l'apparition d'une deuxième classe B dont les signaux acoustiques présentent des amplitudes et des énergies plus élevées. Les événements de la classe B sont probablement issus de la décohésion fibres/matrice. Par la suite, les signaux de classe C, qui présentent des caractéristiques d'amplitude, d'énergie et de durée plus élevée, peuvent regrouper les signaux émis par le déchaussement des fibres. En fin, la dernière classe D contient des signaux très énergétiques avec des amplitudes supérieures à 75 dB et apparaissent pour des valeurs de contrainte très élevées. Ces signaux surviennent peu de temps avant la rupture totale de l'éprouvette. L'apparition de ces événements est accompagnée par une élévation rapide du nombre d'événements des autres classes. La classe D peut être ainsi attribuée à la rupture des fibres.

L'identification des classes acoustiques proposée précédemment peut être ainsi justifiée par des travaux effectués au laboratoire (LAUM) par Arthur et al [63] et Haggui et al. [189] et aussi par des travaux dans la littérature comme par exemple ceux de Bravo et al. [172], et Aslan et al. [65] sur les propriétés acoustiques des principaux mécanismes d'endommagements détectés dans des composites renforcés par des fibres naturelles comme le lin. Dans la présente étude, les formes d'onde typiques de chaque mécanisme d'endommagement détecté par la technique d'émission acoustique intégré sont données sur la figure 3.15. Nous pouvons confirmer que les propriétés de forme d'onde de chaque mécanisme d'endommagement sont caractérisées par les propriétés des descripteurs donnés sur la figure 3.13.

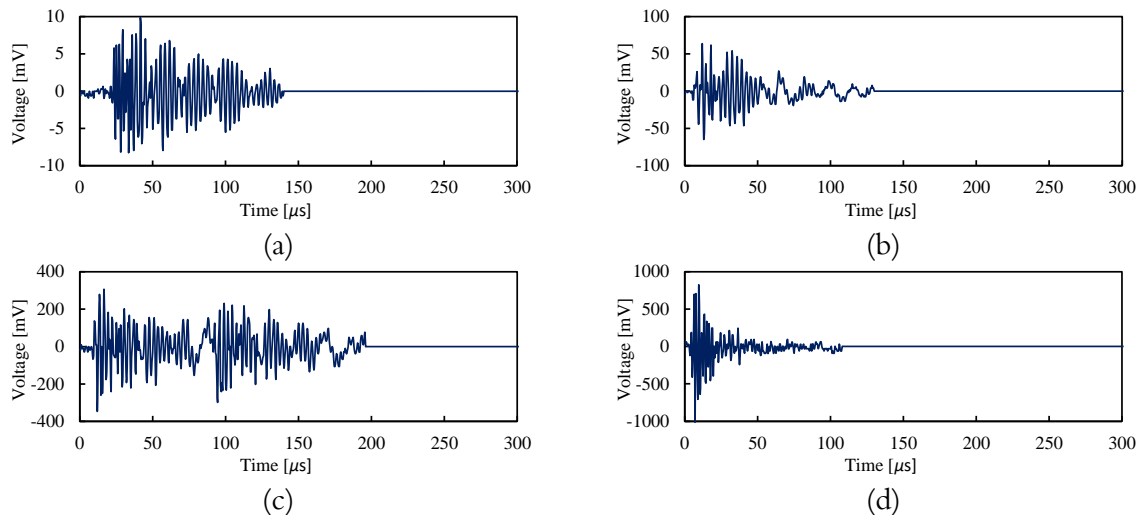


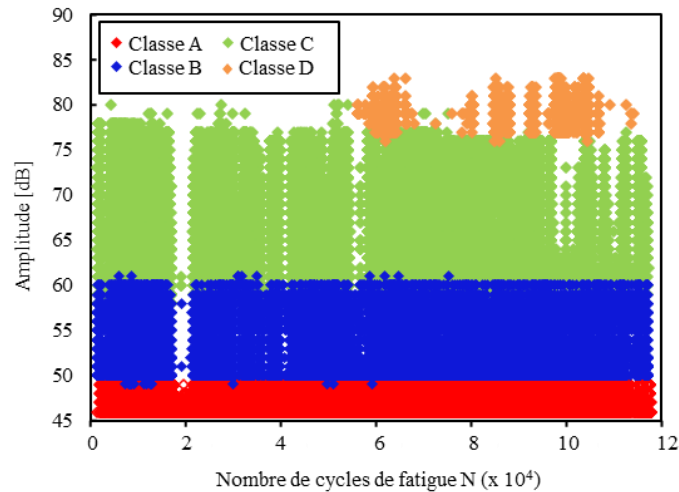
Figure 3.15. Formes d'ondes typiques de chaque mécanisme d'endommagement détecté par capteur intégré dans le composite PC : a) Classe A : fissuration matricielle, b) Classe B : décohésion fibre/matrice, c) Classe C : déchaussement des fibres et d) Classe D : rupture de fibre.

### 3.4.2.2. Suivi des essais de traction en fatigue par EA

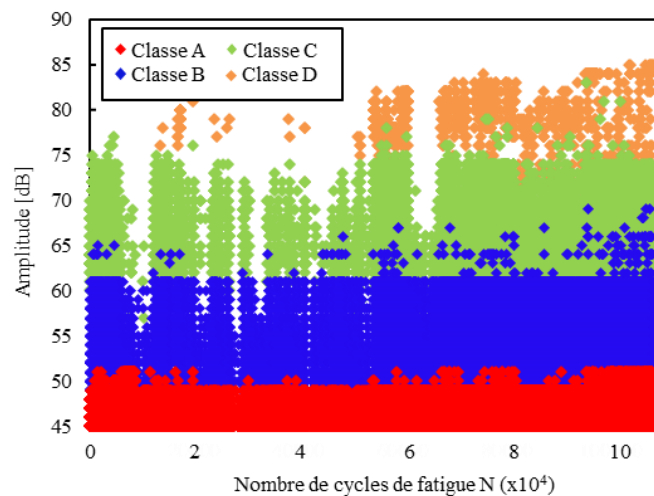
La méthode d'EA est utilisée aussi lors des essais de fatigue en traction afin d'identifier et suivre l'évolution des mécanismes d'endommagement au cours de la fatigue. Une étude comparative entre les événements d'EA des éprouvettes sans capteur intégré (NI) et les événements d'EA des éprouvettes avec capteur intégré (PC) est effectuée. Les essais sont réalisés avec un niveau de chargement égal à 65% de la charge maximale mesurée en traction statique. Le dispositif expérimental de la technique d'EA est bien détaillé dans le *chapitre 2*. Dans les essais de fatigue, le seuil d'acquisition des signaux d'EA a été fixé à 45 dB permettant de filtrer le bruit du groupe hydraulique. Comme dans le cas des essais de traction statique, l'analyse des signaux acoustiques détectés en fatigue est réalisée à l'aide de la méthodologie de classification non supervisée K-moyennes détaillée précédemment et dans le *chapitre 2*.

La classification des événements d'EA détectés lors des essais de fatigue sont reportés dans les figures 3.16. et 3.17. Les résultats sont présentés en termes de la distribution d'amplitude et nombre de coups cumulés des classes acoustiques en fonction du nombre de cycles. Les résultats obtenus montrent que, comme dans le cas des essais statique, quatre classes sont détectées dans les deux composites (NI et PC). En se basant sur l'identification et l'attribution des classes obtenues dans les essais statique, nous avons ainsi proposé la classification suivante : les signaux de la classe A peuvent être attribuée aux microfissurations matricielles avec un nombre d'événements élevés, la deuxième classe B est associée au décohésion fibre/matrice puis les événements de la troisième classe C sont générés par le déchaussement des fibres et finalement la quatrième classe D caractérisée par des amplitudes élevées est associée à la rupture des fibres.

Dans les deux matériaux avec et sans capteur intégré, il a été constaté peu de chevauchement des classes dans le cas des essais de fatigue (Fig 3.16.). Les signaux générés par chaque mécanisme d'endommagement sont bien définis par des plages d'amplitude. La « classe A » se produit entre 45 et 50 dB, les signaux de la « classe B » se situent dans l'intervalle de 50 à 65 dB, la « classe C » apparait avec des amplitudes entre 60 et 75 dB et celles des événements de la « classe D » sont supérieures à 75 dB.



(a)

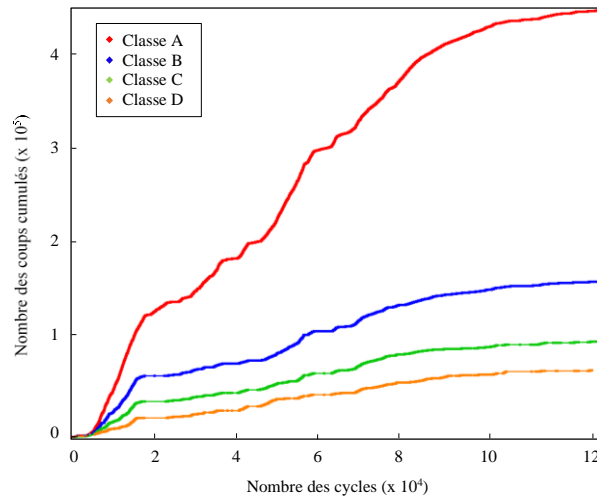


(b)

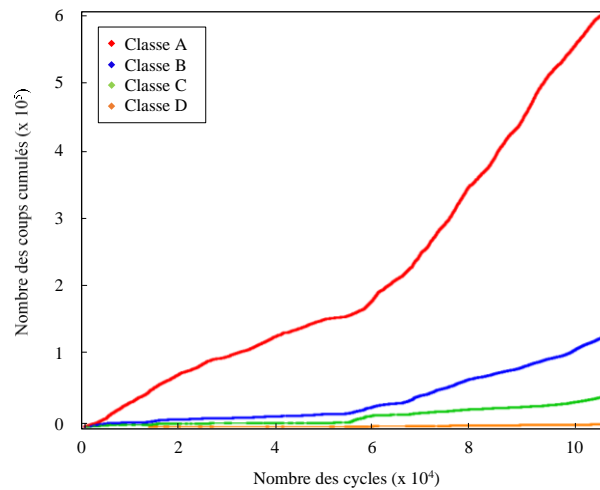
**Figure 3. 16. Distribution de l'amplitude des classes des événements acoustiques détectées au cours des essais du fatigue des composites lin/Elium sans et avec capteur intégré : a) éprouvette NI et b) éprouvette PC**

La figure 3.17. permet de quantifier et différencier, en termes de poids, les mécanismes d'endommagement. Elle donne la chronologie d'apparition et d'évolution des classes des événements acoustiques détectées durant les essais de fatigue des composites lin/Elium (NI et PC).





(a)



(b)

**Figure 3.17.** Chronologie d'apparition et évolution des classes acoustiques détectées durant les essais de fatigue des composites lin/Elium : a) sans capteur intégré (NI) et b) avec capteur intégré (PC).

L'analyse des résultats montre que l'activité acoustique au cours des essais de fatigue se déroule en trois phases. Dans la première phase, caractérisée par une réduction importante de la rigidité (Fig 3.6.) et une activité acoustique importante et correspond essentiellement à l'apparition et à la multiplication des microfissures dans le composite. Dans cette phase, le déchaussement fibre/matrice et le glissement par frottement au niveau de l'interface se développent aussi mais les fibres restent relativement intactes lors de la propagation des fissures dans la matrice. Nous constatons que les salves acoustiques résultant des fissurations matricielles et du déchaussement fibres/matrice sont beaucoup plus élevées que celles générées par les autres mécanismes. Durant l'essai de fatigue cyclique, les défauts d'imprégnation fibre/matrice et la qualité de l'interface sont estimés comme des phénomènes très importants contribuant à la progression des endommagements [190]. Dans la deuxième phase, l'évolution des

endommagements devient progressive et stable pendant pratiquement toute la durée de l'essai, correspondant à une diminution de la rigidité plus lente (Fig 3.6.). Enfin, pour les nombres de cycles élevés, l'activité acoustique s'accélère et correspond à la troisième phase. En effet, avant la rupture finale des éprouvettes, la perte de rigidité s'accélère à cause de l'apparition des fissures beaucoup plus localisées. Ceci fait apparaître des macro-fissures, des décohésions fibre/matrice et des retraits de fibre plus intenses. La rupture des fibres apparaît aussi dans cette phase ce qui annonce la rupture totale du matériau.

La comparaison des événements acoustiques dans les deux types de matériaux NI et PC, montre des activités légèrement différentes entre les signaux détectés par le capteur à l'extérieur et le capteur intégré au sein du matériau. Le nombre d'événements acoustique en fin d'essais est de l'ordre  $7 \times 10^5$  et  $7,3 \times 10^5$  respectivement pour les composites NI et PC. Ce constat montre que la méthode de contrôle de santé intégrée par EA réalisé sur les composites biosourcés présente une excellente alternative à la technique d'EA conventionnelle (capteur d'EA collé sur la surface). L'avantage majeur de la méthode d'EA intégré est le contrôle de l'état de santé instantané au cours de fonctionnement et du cycle de vie des structures composites.

### **3.5. Comportement vibratoire des composites**

Cette section présente l'étude du comportement vibratoire des composites Lin/Elium avec et sans capteur intégré. Tout d'abord, une analyse de la littérature est effectuée, afin de cerner l'intérêt de l'utilisation d'une matrice thermoplastique renforcée avec des fibres de lin afin d'améliorer le comportement vibratoire des composites. Par la suite, des éprouvettes de composite à fibres unidirectionnelles sans capteur (NI) et des éprouvettes avec capteurs intégrés au milieu du matériau (PC) ont été testées afin d'analyser l'effet d'intégration du capteur sur le comportement vibratoire. Enfin, des composites unidirectionnels (PC) avec différentes positions de capteurs ont été testés en vue d'étudier l'effet de la position du capteur sur la réponse vibratoire du matériau.

#### **3.5.1. Comportement vibratoire des composites biosourcés : revue de la littérature**

L'amélioration de la capacité intrinsèque des composites à dissiper l'énergie de vibration s'avère éventuellement intéressante. A ce niveau, les matériaux composites à constituants biosourcés semblent être de bons candidats. En effet, plusieurs études ont montré des bonnes propriétés vibratoires de ces matériaux, et principalement leur capacité à dissiper l'énergie vibratoire. Par exemple, Prabhakaran et al. [191] ont comparé le comportement en vibration des éprouvettes Verre/Epoxy à des éprouvettes de Lin/Epoxy. Leurs résultats montrent que le

composite renforcé de fibres de lin présente des meilleurs coefficients d'amortissement que celui du matériau Verre/Epoxy. La fibre de lin permet de gagner plus de 50% d'amortissement tout en assurant un gain de masse de 33%. Aussi, Duc et al. [192] ont comparé différents composites thermodurcissable et thermoplastique renforcés par des fibres de lin, verre et carbone. Ils ont montré que les composites à fibres de lin présentent le facteur d'amortissement le plus élevé par rapport aux composite carbone ou verre. Leurs résultats montrent aussi que l'utilisation des matrices thermoplastiques permet d'augmenter encore plus le facteur d'amortissement du composite. En effet, les résines thermoplastiques sont caractérisées par un comportement viscoélastique beaucoup plus marqué que les polymères thermodurcissables. Les mêmes auteurs ont défini aussi différents paramètres agissant sur la capacité d'amortissement vibratoire des composites à fibres naturelles [193], particulièrement le taux de porosité, la qualité de l'imprégnation des fibres ainsi que la qualité de l'interface fibre/matrice. A l'échelle du renfort, les meilleures propriétés des composite biosourcés peuvent s'expliquer, certainement, par la microstructure des fibres végétales. En effet, les fibres naturelles sont composées par plusieurs polymères, tels que l'hémicellulose et la lignine, qui permettent intrinsèquement la dissipation de l'énergie par amortissement visqueux. De plus, une dissipation d'une certaine quantité d'énergie par frottement grâce à la structure multicouche des fibres et la présence de microfibrilles de cellulose orientée. En conclusion, les composites fabriqués avec une matrice thermoplastique et renforcés de fibres végétales permettent d'obtenir de bonnes propriétés d'amortissement vibratoire. L'utilisation d'une matrice thermoplastique renforcée de fibres de lin permet d'avoir des composites considérablement amortissants.

Cette partie d'étude propose de situer les performances de ce composite biosourcé par rapport à des solutions existantes. De plus, l'étude vibratoire du composite lin/Elium avec et sans capteur intégré a pour but de montrer qu'il est possible d'intégrer des matériaux fonctionnels dans les éocomposites sans modifier ou alterner leurs propriétés dynamiques.

### **3.5.2. Effet de l'intégration des capteurs sur le comportement vibratoire**

Des éprouvettes Lin/Elium avec et sans capteur intégré (NI et PC) ont été testées en vibration selon le protocole développé en *chapitre 2 en section 2.3.4*. Les résultats sont discutés en termes de module de Young et du facteur de perte déterminés par *les expressions (2.10) et (2.11)*. Dans cette partie, le capteur est positionné au milieu de la longueur de l'échantillon. La figure 3.18.a présente l'évolution du facteur de perte en fonction de la fréquence de vibration des éprouvettes avec et sans capteur intégré (NI et PC). Les résultats montrent des comportements très proches entre les éprouvettes testées. Dans les deux matériaux, la valeur du

facteur de perte dépend de la fréquence de vibration. En effet, le facteur de perte  $\eta$  montre des valeurs initiales proches de 2% à basse fréquence et subit une légère diminution pour des fréquences élevées. Après 2000 Hz, il se stabilise autour d'une valeur de l'ordre de 1,65%. Différents phénomènes physiques peuvent expliquer les valeurs du facteur de perte obtenues. Avant tout, à l'échelle de la matrice, le comportement viscoélastique de la résine Elium joue un rôle très important dans la réponse dynamique du composite. L'arrangement et la mobilité des chaînes moléculaires de cette résine thermoplastique sont deux facteurs qui jouent un rôle important sur les propriétés d'amortissement intrinsèque. A l'échelle des renforts, les fibres de lin ont un comportement viscoélastique du fait de la présence de polymères naturels dans leur composition, comme la cellulose et l'hémicellulose. Ce comportement contribue largement à la réponse vibratoire du composite. D'autre part, dans la structure de cette fibre, il peut y avoir des phénomènes de frottement entre les différentes couches concentriques constitutives des parois, ou encore entre les microfibrilles de cellulose et leur matrice d'hémicellulose. Enfin, à l'échelle du composite, des frottements peuvent aussi exister au niveau des interfaces rompues entre les fibres et la matrice, ou encore à cause des défauts tels que les microfissures et les porosités. Ces phénomènes de friction peuvent être à l'origine de la dissipation d'une certaine quantité d'énergie par effet Joules.

Pour chaque mode de vibration, la valeur du module de Young longitudinal est déterminée à partir de la fréquence de résonance  $f_n$ . Les résultats sont donnés dans la figure 3.18.b et montrent un comportement très semblable du composite avec capteur intégré et celui sans capteur. On remarque que l'évolution du module de Young est indépendante de la fréquence. La valeur de ce module à très basse fréquence est très proche de celle mesurée lors des essais statiques (23 GPa) et reste pratiquement constante ou évolue très peu entre 0 et 5000 Hz.

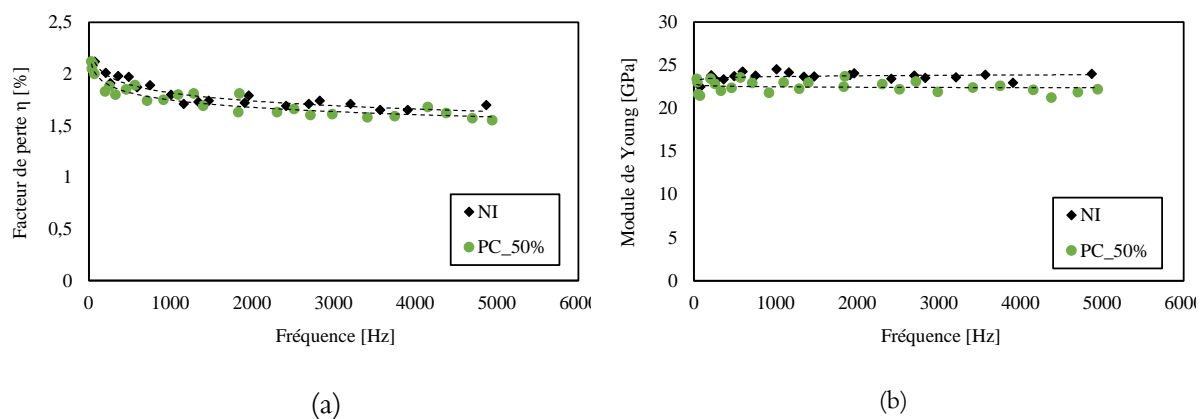


Figure 3.18. Propriétés dynamiques du biocomposite avec et sans capteur intégré: a) facteur de perte et b) module de Young

### 3.5.3. Effet de la position du capteur sur le comportement vibratoire

Afin d'étudier l'effet de la position du capteur intégré sur l'évolution des fréquences propres, le capteur a été positionné à différentes positions le long de l'éprouvette. Différentes longueurs libres des éprouvettes  $L_0$  (260, 230, 200 et 170 mm) sont adoptées afin de faire varier les valeurs des fréquences de résonance de chaque position. La figure 3.19. présente, à titre d'exemple, les valeurs des fréquences propres pour les 4 premiers modes de vibration d'une éprouvette de longueur 260 mm et pour différentes positions de capteurs  $L_c$  (20, 96, 100, 105, 115, 130, 190, 200 et 240 mm) mesurées à partir du mors de fixation (Fig 3.20.). Quelle que soit la position du capteur, les résultats montrent des valeurs des fréquences propres très proches. La valeur de la fréquence propre du 4<sup>ème</sup> mode varie de 1200 Hz pour une position du capteur de 20 mm à 1280 Hz pour une position 96 mm ce qui représente une variation de l'ordre de 6%. L'intégration du capteur piézoélectrique au sein du matériau, n'affecte pas ou très peu la fréquence et donc la rigidité dynamique du composite lin/Elium.

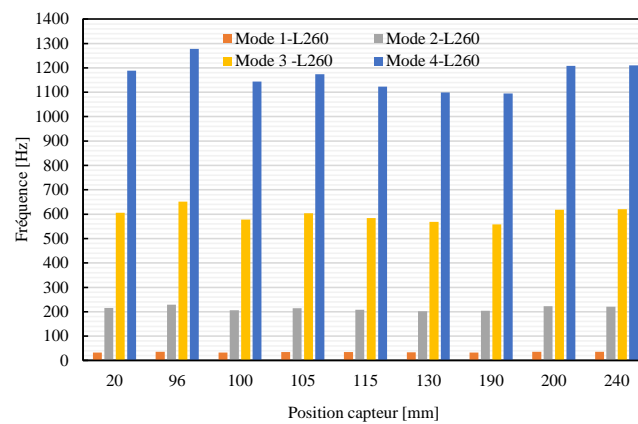


Figure 3. 19. Evolution des fréquences propres des quatre premiers modes en fonction de la position du capteur.

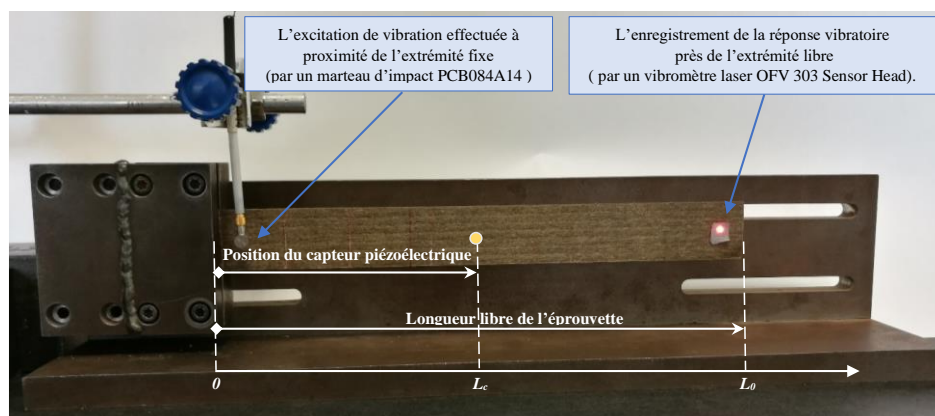


Figure 3. 20. Position du capteur  $L_c$  par rapport à la longueur libre de l'éprouvette  $L_0$ .

Afin de généraliser cette étude, la position du capteur est normalisée par la longueur de la partie libre de l'éprouvette (Fig 3.20.). Les propriétés dynamiques ont été étudiées en fonction de la position relative du capteur ( $L_c/L_0$ : rapport de la position du capteur sur la longueur libre de l'éprouvette). Différentes longueurs libres d'éprouvettes  $L_0$  (260, 230, 200 et 170 mm) et différentes positions du capteur  $L_c$  (20, 96, 100, 105, 115, 130, 190, 200 et 240 mm) ont été considérées. Dans ces conditions, la position relative du capteur varie de 10% à 90%.

L'évolution du facteur de perte et du module de Young en fonction de la position du capteur sont données dans les figures 3.21. et 3.22. et sont comparés aux résultats du composite sans capteur (NI). La variabilité des résultats est donnée aussi sur ces figures par des barres d'erreurs. Pour un mode de vibration donné, le module de Young dynamique et le facteur de perte dépendent très peu de la position du capteur. Pour une position du capteur donnée, le facteur de perte diminue avec la fréquence alors que le module reste pratiquement constant. Ce résultat met en évidence des propriétés dynamiques très proches et indépendantes de la position du capteur intégré dans le composite.

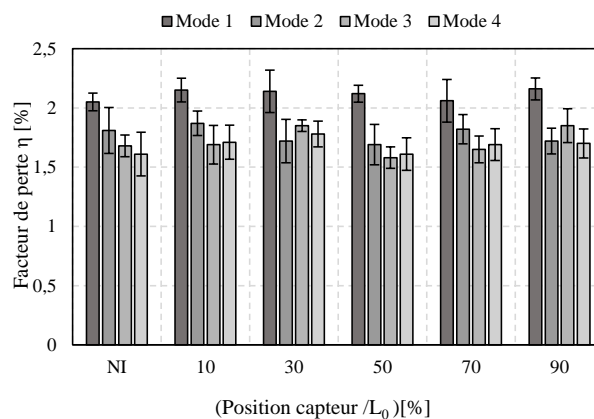


Figure 3.21. Evolution du facteur de perte en fonction de la position spécifique du capteur.

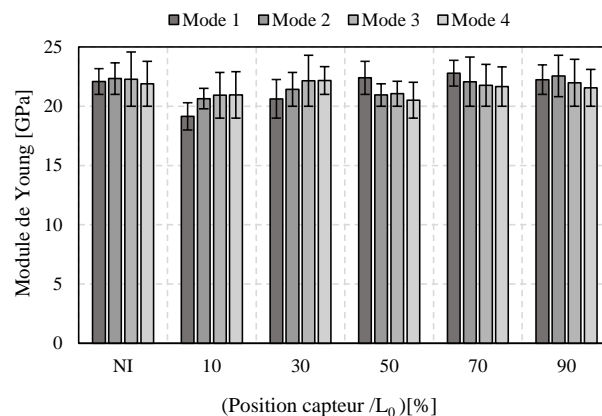
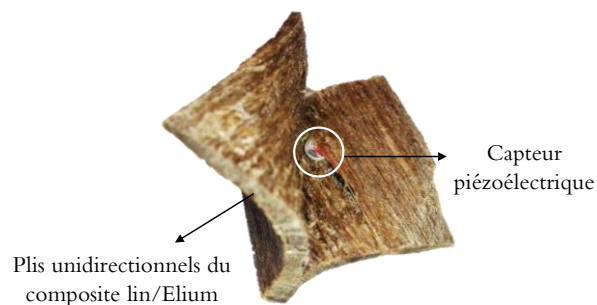


Figure 3.22. Evolution du module de Young en fonction de la position spécifique du capteur

### 3.6. Récupération des capteurs en fin de cycle de vie.

L'une des solutions novatrices de la présente thèse, consiste à développer une méthode permettant la séparation des implants piézoélectriques en fin de cycle de vie du composite. Cela permet d'augmenter la durée de vie des capteurs intégrés. Les capteurs récupérés (recyclés) seront ainsi incorporés une deuxième fois dans un nouveau composite lin/Elium afin de montrer la possibilité de réutilisation des capteurs d'EA en fin de cycle de vie.

Dans cette étude, une température d'environ 170°C est appliquée, pendant 15 min, aux échantillons déjà testés et rompus du composite incorporant des capteurs piézoélectriques. Cette opération de mise en température permet la séparation des plis unidirectionnels grâce au caractère thermoformable de la résine Elium. La figure 3.23 présente un échantillon du biocomposite avec le capteur PIC255 intégré. Les plis sont bien séparés et le capteur est bien exposé dans le plan médian du stratifié. Ainsi, l'extraction du capteur d'EA peut être effectuée. A ce stade, le procédé du LRI est utilisé une nouvelle fois pour fabriquer des éprouvettes avec des capteurs d'EA recyclés (récupérés) et implantés dans la masse. Ces éprouvettes sont notées par PC<sub>R</sub>. Une étude comparative entre les différents échantillons PC (éprouvette avec capteur intégré) et PC<sub>R</sub> (éprouvette avec capteur intégré recyclé) est effectuée. Elle permet d'examiner l'effet de la méthode de récupération sur la sensibilité du capteur.



*Figure 3. 23. Récupération (recyclage) du capteur piézoélectrique.*

Afin de montrer le bon fonctionnement des capteurs recyclés, le dispositif expérimental de la technique d'EA décrit dans le chapitre 2 est réalisé sur les éprouvettes PC<sub>R</sub>. Le suivi des essais est effectué en chargement quasi-statique. Comme dans le cas des essais effectués sur les éprouvette PC, le traitement des signaux acoustiques détectés par le capteur recyclé est réalisé à l'aide de la méthodologie de classification non supervisée K-moyennes détaillée précédemment. Les résultats de la classification sont reportés dans la figure 3.24. Elle présente la distribution d'amplitude des classes ainsi que l'évolution du nombre de coups cumulés des signaux d'EA en fonction du temps. Comme dans le cas des éprouvettes PC, les résultats de la classification

montrent l'apparition de quatre classes acoustiques dans le cas des éprouvettes intégrées avec le capteur recyclé ( $PC_R$ ). L'analyse et la comparaison des résultats de la figure 3.24.b (capteur recyclé  $PC_R$ ) et la figure 3.12.b. (capteur non recyclé PC), montre que l'activité acoustique des échantillons  $PC_R$  est moins importante que celle des échantillons PC. Le nombre de salves cumulées dans les éprouvettes PC est d'environ 5260 alors qu'il est d'environ 2780 événements dans les éprouvettes  $PC_R$ . Cette diminution est probablement liée au procédé de récupération dans lequel des températures élevées ( $170^\circ\text{C}$ ) sont nécessaires pour séparer les plis qui entourent les capteurs piézoélectriques.

Généralement, la température maximale du bon fonctionnement des matériaux piézoélectriques doit être strictement inférieure à la moitié de la température de Curie [194]. Le capteur PIC 255 a une température de curie d'environ  $350^\circ\text{C}$  qui correspond à la température où le capteur perd totalement ses qualités piézoélectriques. La température choisie lors du procédé de récupération est très proche de la température maximale de fonctionnement. Cette température provoque probablement une modification des propriétés piézoélectriques du capteur PIC255 notamment le coefficient de couplage électromécanique  $K_p$ . Ce coefficient désigne le rendement du capteur à convertir l'énergie mécanique en électrique. Plus sa valeur est proche de 1, plus le rendement de conversion est fort. Le capteur PIC255 a un coefficient de couplage électromécanique d'environ 0,62. Après le procédé de récupération, le rendement du capteur piézoélectrique à convertir les ondes élastiques créées au niveau des endommagements devient plus faible. Ce phénomène peut probablement expliquer la perte de quelques événements mécaniques et acoustiques.

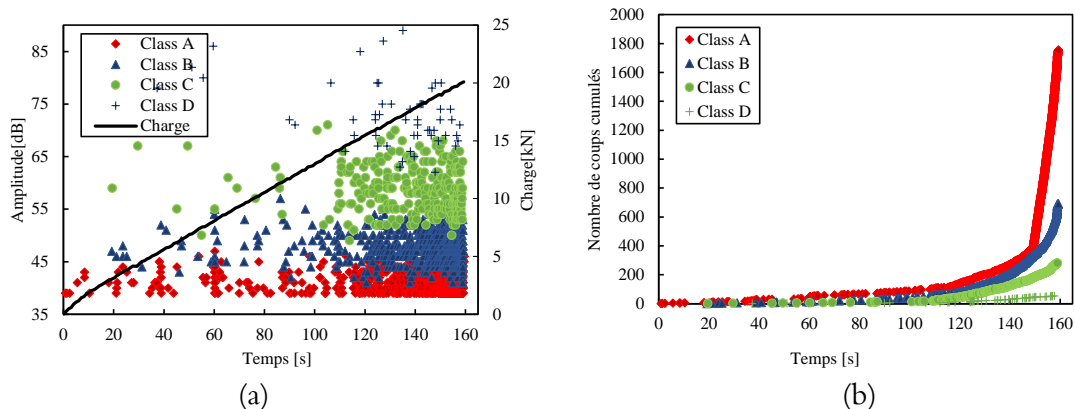


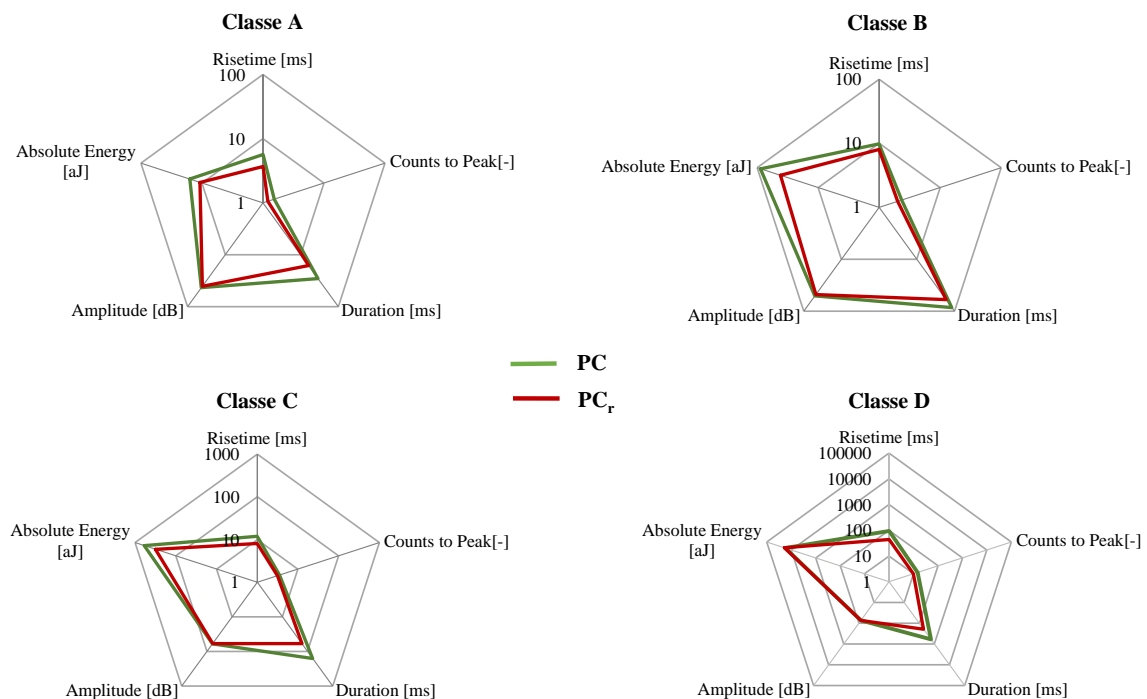
Figure 3.24. Résultats de la classification des signaux d'EA détectés des composites lin/Elium instrumentés par capteur récupéré  $PC_R$  : a) distribution d'amplitude des événements en fonction du temps et b) chronologie d'apparition et évolution des classes acoustiques

Malgré les informations manquantes, le capteur réutilisé montre sa capacité à détecter les mêmes mécanismes d'endommagement que ceux détectés dans les éprouvettes PC. Quatre classes acoustiques sont détectées et classifiées par l'algorithme des  $K$ -moyennes. Une classe A



avec des amplitudes  $<45\text{dB}$ , peut être associée aux mécanismes de la microfissuration matricielle. Cette classe provoque l'apparition d'une deuxième classe B dont les signaux acoustiques ont des amplitudes un peu plus élevées. Les événements de la classe B sont issus de la décohésion fibres/matrice. Par la suite, les signaux de classe C qui présentent des caractéristiques d'amplitude et de durée plus élevée, peuvent regrouper les signaux émis par le déchaussement des fibres. Enfin, la dernière classe D contient des signaux très énergétiques avec des amplitudes supérieures à  $75\text{ dB}$  et apparaissent juste avant la rupture du matériau pour des valeurs de charge très élevées.

La figure 3.25. présente une comparaison des caractéristiques moyennes des salves détectées dans une éprouvette  $PC_R$  et celles détectées dans une éprouvette PC. Les valeurs moyennes des cinq descripteurs utilisés dans la classification des quatre classes collectées sont présentées par des diagrammes en "toile d'araignée". Nous constatons que les signatures acoustiques des quatre classes présentent une bonne similitude entre les deux matériaux (PC et  $PC_R$ ). Ainsi, on peut supposer que la classe A obtenue dans le matériau  $PC_R$  (de la même manière, les classes B, C et D) correspond bien à la classe A obtenue dans le matériau PC (de la même manière, les classes B, C et D).



**Figure 3.25.** Comparaison des caractéristiques moyennes des quatre classes acoustiques détectées dans les éprouvettes PC et  $PC_R$

### 3.7. Conclusions

Dans ce chapitre, l'effet de l'implant piézoélectrique sur le comportement du biocomposite lin/Elium est analysé. L'étude est basée sur des essais de traction associés à la technique de l'EA ainsi que des essais d'analyse modale. Les résultats des essais statiques montrent une dégradation des propriétés mécaniques dans le cas d'intégration du grand capteur (diamètre 10 mm et épaisseur 1 mm). Par contre une faible dégradation des propriétés mécaniques est observée dans le cas des éprouvettes incorporant le petit capteur (diamètre 5 mm et épaisseur 0,5 mm). Pour les essais de traction en fatigue, l'analyse des résultats montrent que les propriétés du matériau est sensible à la taille du capteur. L'intégration du petit capteur influe légèrement sur les propriétés du composite par contre le grand capteur dégrade les performances du matériau en fatigue. Les résultats d'analyse modale montrent que le comportement dynamique du composite lin/Elium est indépendant de l'intégration et de la position du capteur (petit capteur). Ces résultats montrent la faisabilité d'intégrer un petit capteur au sein du composite lin/Elium sans dégrader ses propriétés dynamiques. La technique d'EA a été utilisé pour l'identification des mécanismes d'endommagement du composite avec et sans capteur intégré. La classification des signaux d'EA collectés des éprouvettes avec et sans capteurs, à l'aide de l'algorithme «*K*-moyennes», a montré l'apparition de quatre classes acoustiques caractérisant ainsi quatre mécanismes d'endommagement. L'intégration du capteur d'EA a donné des bons résultats concernant la détection et la séparation des classes acoustiques intervenant dans le matériau. Ce constat montre que la méthode de contrôle de santé intégré par EA réalisée sur les composites biosourcés présente une excellente alternative à la technique d'EA conventionnelle (capteur d'EA collés à la surface). Le majeur avantage de la méthode d'EA intégré, en plus du suivi des endommagements, est le contrôle de l'état de santé instantané au cours de fonctionnement et du cycle de vie des structures biocomposites. En plus, le fait que le capteur d'EA soit incorporé dans la masse, présente une protection des matériaux fonctionnels de toutes sources extérieures provoquant des perturbations des signaux détectés ou bien des agressions extérieures. Le matériau choisi dans cette étude a permis aussi de développer une méthode de récupération (ou recyclage) de capteurs intégrés en fin de cycle de vie. Cela permet d'augmenter la durée de vie des capteurs et minimiser les couts d'inspections. Les capteurs récupérés ont été incorporés une deuxième fois dans un composite lin/Elium. Les résultats montrent la capacité du capteur à détecter, lors d'une deuxième utilisation, les mêmes mécanismes d'endommagement que ceux détectés au cours de sa première utilisation.

# CHAPITRE 4. RECYCLAGE DES DECHETS COMPOSITES PAR THERMOCOMPRESSION

## Sommaire

4.1. Introduction .....	109
4.2. Évolution de la masse volumique en fonction du nombre de recyclage .....	109
4.3. Comportement mécanique en traction statique des matériaux recyclés .....	112
4.3.1. Résine Elium recyclée .....	112
4.3.2. Composites Lin/Elium recyclés .....	115
4.4. Étude des mécanismes d'endommagement en traction statique .....	119
4.4.1. Analyse microscopique .....	119
4.4.1.1. Résine Elium recyclée .....	119
4.4.1.2. Composites lin/Elium recyclés .....	121
4.4.2. Analyse par émission acoustique (EA) .....	123
4.4.2.1. Résine Elium recyclée .....	123
4.4.2.2. Composites lin/Elium recyclés .....	124
4.5. Comportement mécanique en fatigue des matériaux recyclés .....	129
4.5.1. Propriétés mécaniques .....	129
4.5.2. Amortissement en fatigue .....	131
4.5.3. Étude par EA des mécanismes d'endommagement en fatigue .....	134
4.6. Comportement vibratoire des matériaux recyclés et non recyclés .....	136
4.6.1. Effet du recyclage sur le comportement vibratoire de la résine Elium .....	137
4.6.2. Effet du recyclage sur le comportement vibratoire du composite lin/Elium .....	139
4.7. Analyse par éléments finis du comportement vibratoire des composites recyclés .....	142
4.8. Discussions .....	146
4.9. Conclusion .....	149

## Résumé

Ce chapitre est consacré à l'étude de l'effet du procédé de recyclage sur les propriétés mécanique en statique, en fatigue et en vibration de la résine Elium et du composite lin/Elium. Des éprouvettes des matériaux recyclées et non recyclés ont été élaborées par thermocompression. Cinq opérations de recyclage ont été appliquées. En premier lieu, l'évolution de la masse volumique des matériaux recyclés en fonction du nombre de recyclages a été étudiée. Par la suite, des essais mécaniques de traction en statique et en fatigue ont été effectués sur l'ensemble des matériaux (recyclés et non recyclés). Ces essais ont permis de mettre en évidence l'effet de plusieurs opérations de recyclage sur les propriétés mécaniques. De plus, la technique d'émission acoustique (EA) a été utilisée afin d'identifier et suivre l'évolution des mécanismes d'endommagement au cours des essais. La classification des données d'EA détectées lors des essais mécaniques a été effectuée par une méthode non supervisée. Ainsi, deux à trois classes d'évènements acoustiques semblables ont été obtenues dans les différents matériaux. Des observations microscopiques des faciès de rupture des matériaux recyclés et non recyclés ont été effectuées à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB). Les résultats de cette analyse ont permis de proposer une corrélation entre les classes d'EA enregistrées et les mécanismes d'endommagement observés. En fin, l'effet du nombre d'opérations de recyclage sur les propriétés dynamiques a été présenté dans la dernière partie de ce chapitre. Une analyse expérimentale du comportement vibratoire des matériaux recyclés et non recyclés a été effectuée. Une modélisation par éléments finis est proposée. Les résultats obtenus par ce modèle, en termes du module de Young et du facteur de perte, ont été alors comparés aux résultats expérimentaux pour plusieurs opérations de recyclage.

## 4.1. Introduction

Depuis plusieurs décennies, les matériaux composites sont de plus en plus utilisés dans nombreux secteurs tels que l'automobile, l'aérospatiale et les éoliennes. Cependant, l'inconvénient principal de ces matériaux est leur recyclage. Leur structure hétérogène, particulièrement les composites à matrice thermodurcissable, rend la réutilisation de ce type de matériaux compliquée, voire impossible. Cela pose un grand problème concernant la gestion des déchets thermodurcissables. Face à un tel problème, de nouveaux matériaux thermoplastiques et recyclables sont étudiés comme alternative aux matériaux thermodurcissables. Ces matériaux peuvent être transformés et réutilisés comme des nouveaux produits. De plus, afin de réduire l'impact des déchets composites sur l'environnement, les fibres naturelles sont largement utilisées en tant que renfort des matériaux composites tels que les fibres de lin. Cela est dû à leur biodégradabilité particulière et leurs bonnes propriétés thermiques et mécaniques.

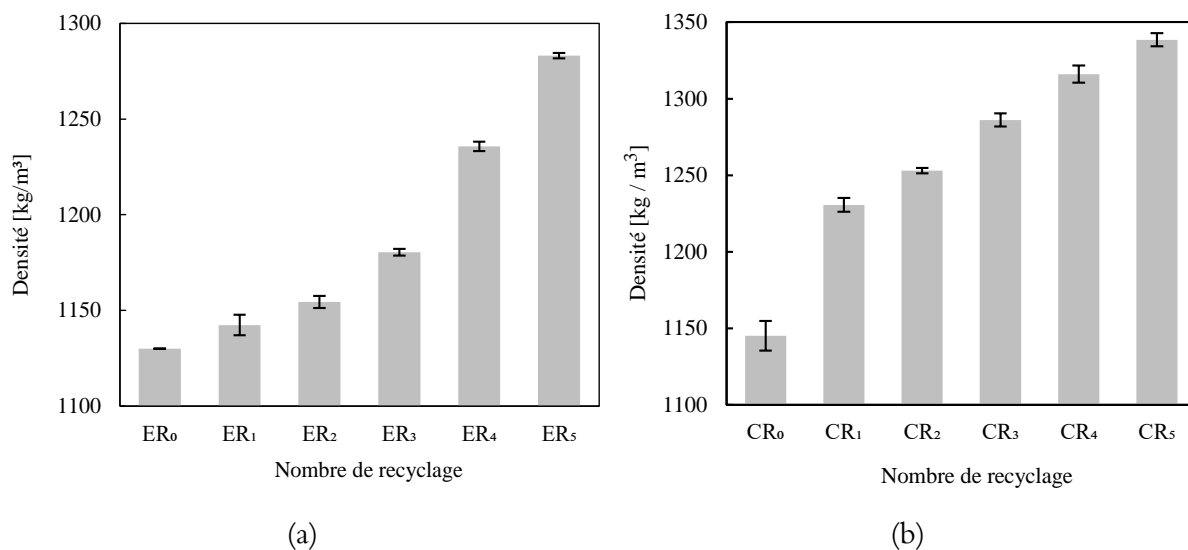
L'objectif de ce chapitre est d'étudier la recyclabilité d'un nouveau composite thermoplastique renforcé des fibres de lin. La matrice thermoplastique choisie dans ce travail est la résine Elium fabriquée par la société Arkema. C'est la première résine thermoplastique liquide permettant la réalisation de pièces composites. Grâce à sa faible viscosité, cette résine acrylique peut être utilisée dans des procédés d'infusion de résine liquide (LRI). Une méthode innovante de recyclage basée sur la thermocompression est développée et décrite dans le chapitre 2 section 2.2.2. Ce procédé a été appliqué sur deux types de matériaux : la résine Elium et le composite lin/Elium. Pour chaque matériau, cinq opérations de recyclage ont été effectuées sur le matériau initial. Ensuite, divers tests physiques et mécaniques ont été effectués sur les matériaux recyclés et non recyclés afin d'examiner l'effet du procédé de recyclage sur le comportement mécanique de la résine Elium ainsi que le composite lin/Elium.

## 4.2. Évolution de la masse volumique en fonction du nombre de recyclage

L'évolution de la masse volumique en fonction du nombre d'opérations de recyclage de la résine Elium ( $ER_i$ ) et du composite lin/Elium ( $CR_i$ ) a été déterminée et illustrée par l'histogramme (Fig 4.1.). Les valeurs de la masse volumique à chaque opération de recyclage ont été calculées par la méthode de poussée d'Archimède, basée sur le principe d'Archimède « *un corps plongé dans un fluide au repos (liquide ou gaz) présente une perte de masse apparente égale au poids du liquide déplacé* ».

Cinq échantillons ont été utilisés à chaque opération de recyclage pour mesurer la valeur moyenne de la masse volumique. Des barres d'erreurs verticales sont représentées sur la figure 4.1. présentant ainsi l'étendue des mesures. Le principe de la méthode de la mesure consiste tout d'abord à peser les échantillons dans l'air à l'aide d'une balance précise à  $10^{-4}$  g. Par la suite, leur volume a été mesuré par une pesée des échantillons en immersion dans l'eau, d'après le principe d'Archimède. Une telle pesée doit être effectuée rapidement pour éviter l'absorption d'eau par le matériau. Ainsi, la masse volumique des échantillons est calculée.

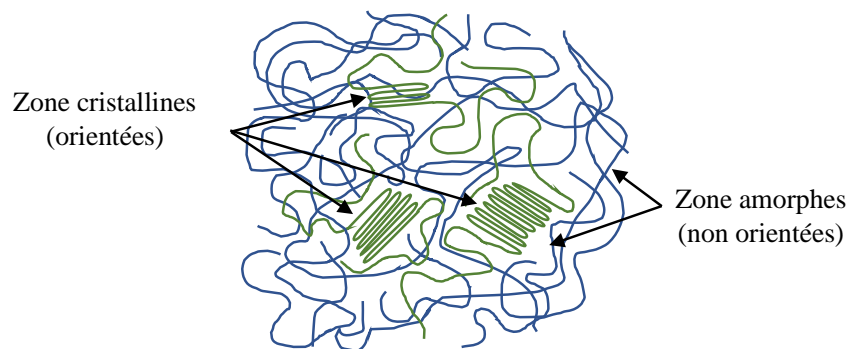
Les résultats montrent une augmentation de la masse volumique en fonction des opérations de recyclage dans le cas de deux matériaux. En effet, après chaque opération de thermocompression, le matériau subit une phase de compactage dans laquelle le polymère se cristallise à haute pression et devient de plus en plus compact. La masse volumique augmente d'environ 7%, 9%, 12%, 15% et 17% pour les composites recyclés CR<sub>1</sub>, CR<sub>2</sub>, CR<sub>3</sub>, CR<sub>4</sub> et CR<sub>5</sub> respectivement par rapport à la masse volumique du composite de référence CR<sub>0</sub>. Une augmentation d'environ 1%, 2%, 5%, 9% et 14% respectivement de la masse volumique des résines recyclées ER<sub>1</sub>, ER<sub>2</sub>, ER<sub>3</sub>, ER<sub>4</sub>, ER<sub>5</sub> par rapport à la résine non recyclée ER<sub>0</sub> est observée.



**Figure 4.1. Evolution de la masse volumique en fonction du nombre de recyclages : a) résine Elium et b) composite lin/Elium**

La variation de la masse volumique est essentiellement liée à la modification de la structure chimique. Les propriétés des matériaux thermoplastiques sont généralement déterminées par la nature chimique des constituants de base, la longueur des chaînes macromoléculaires ainsi que l'agencement des macromolécules [195]. Il est important de noter que la structure d'un polymère semi-cristallin thermoplastique, comme le résine Elium, est composée de deux régions (Fig 4.2.). La première correspond à la zone amorphe dans laquelle les chaînes sont désordonnées et non

orientées [196]. La deuxième est la partie cristalline dans laquelle les chaînes polymères sont plus étroitement liées et orientées [197]. Donc les propriétés intrinsèques du polymère ainsi que celles de ce composite résultent par la région d'amorphe et par la région de cristalline. Plus la proportion de cristallites est élevée, plus le matériau est rigide [197]. De plus, il faut noter que la masse volumique d'un matériau est une propriété fortement liée au taux de cristallinité qui désigne la quantité des phases cristallines [197]. Généralement, les régions cristallines sont plus denses que les régions amorphes ce qui implique une augmentation du taux de cristallinité du produit ainsi une élévation de la densité.



*Figure 4.2. Structure d'un polymère semi cristallin.*

L'augmentation de la masse volumique en fonction de nombre de recyclages est associée à une augmentation du taux de cristallinité de la résine thermoplastique Elium. D'après Kholodovych et al. [197], l'augmentation de la portion de cristalline dans le polymère augmente la masse volumique et la rigidité. Par contre l'augmentation du taux de cristallinité diminue le gonflement, la résistance aux chocs, l'allongement, la dilatation thermique et la transparence du polymère. En se basant sur l'hypothèse de diminution de la transparence, l'augmentation de taux de cristallinité en fonction du nombre de recyclages a été justifiée par des observations visuelles des éprouvettes de résine recyclées. La figure 4.3 montre deux éprouvettes d'Elium recyclées avec deux opacités différentes : la première correspond à une éprouvette ER<sub>1</sub> (après une opération de recyclage) et la deuxième correspond à une éprouvette ER<sub>5</sub> (après cinq opérations de recyclage). Le matériau ER<sub>1</sub> est presque transparent, tandis que le matériau ER<sub>5</sub> est plus opaque. Cette différence de transparence est liée à une cristallisation plus élevée après 5 opérations de recyclage. La phase cristalline est généralement plus opaque que la phase amorphe ce qui rend les matériaux ayant un taux de cristallinité plus élevé plus teinté que les matériaux ayant des zones plus amorphes [198].

En résumé, l'augmentation de la masse volumique du composite lin/Elium en fonction du nombre d'opérations de recyclage est fortement liée au comportement de la résine Elium. L'augmentation du taux de cristallinité de la résine Elium cause une élévation de la masse volumique du composite. De plus, ce phénomène peut s'expliquer par la réduction des tailles des fibres lors de l'étape de découpe des déchets à chaque opération de recyclage. Cela réduit le taux de porosité et rend le matériau de plus en plus compact. De même, le procédé de thermocompression utilisé pour le recyclage contribue largement à la minimisation des porosités et à l'augmentation de la masse volumique sous l'effet des pressions et des températures élevées.

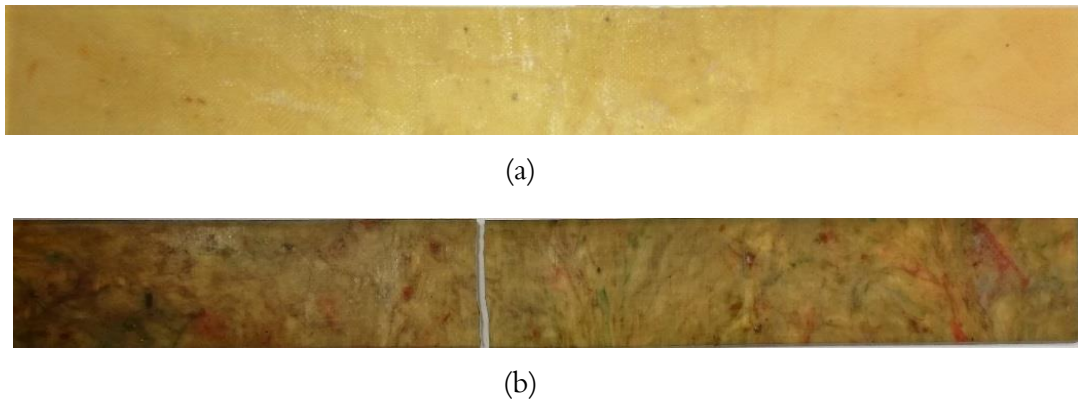


Figure 4.3. Différence d'opacité entre le début et la fin du recyclage : a) éprouvette  $ER_1$  et b) éprouvette  $ER_5$

### 4.3. Comportement mécanique en traction statique des matériaux recyclés

#### 4.3.1. Résine Elium recyclée

Afin d'examiner l'effet du procédé de recyclage sur le comportement du composite lin/Elium, la réponse de la résine seule en fonction des opérations de recyclage a été étudiée dans un premier temps. Des essais de traction statiques ont été effectués afin de déterminer les principales propriétés décrivant l'élasticité et la rupture des éprouvettes de la résine Elium recyclée. Une étude comparative du comportement mécanique des éprouvettes d'Elium recyclés et non recyclés a été réalisée. L'évolution de la contrainte en fonction de la déformation pour chaque type d'éprouvette est donnée sur la figure 4.4. Le module d'Young  $E$ , les propriétés à la rupture (contrainte  $\sigma_r$  et déformation  $\varepsilon_r$ ) ainsi que le coefficient de Poisson ont été extraits et calculés à partir de ces essais. Pour chaque éprouvette, le module élastique  $E$  est la pente de la partie élastique linéaire des courbes contrainte/déformation. Le coefficient de Poisson  $\nu$  a été calculé sur le même intervalle de contrainte comme la pente de la courbe des déformations transversale/longitudinale.



Un comportement mécanique similaire pour toutes les éprouvettes testées est observé. Chaque courbe contrainte/déformation peut être divisée en deux parties : la première est linéaire et définit le domaine élastique du matériau. La deuxième partie est quasi linéaire, mais légèrement incurvée où la pente de la courbe diminue progressivement jusqu'à la rupture totale de l'éprouvette. Malgré les similarités observées au niveau de l'allure des courbes, les propriétés mécaniques présentent des valeurs différentes au fur et à mesure que le nombre de cycles de recyclage augmente. Une baisse des caractéristiques mécaniques caractérisées par une diminution des propriétés à la rupture est observée. Cependant, une augmentation des propriétés élastiques en fonction du nombre de cycles de recyclage est observable. Les moyennes des différentes propriétés obtenues des essais effectués sur les éprouvettes de la résine Elium recyclée sont résumées dans le tableau 4.1. Les propriétés de la résine Elium non recyclée ( $ER_0$ ) sont données par les travaux de Essid et al. [199].et Monti et al [166].

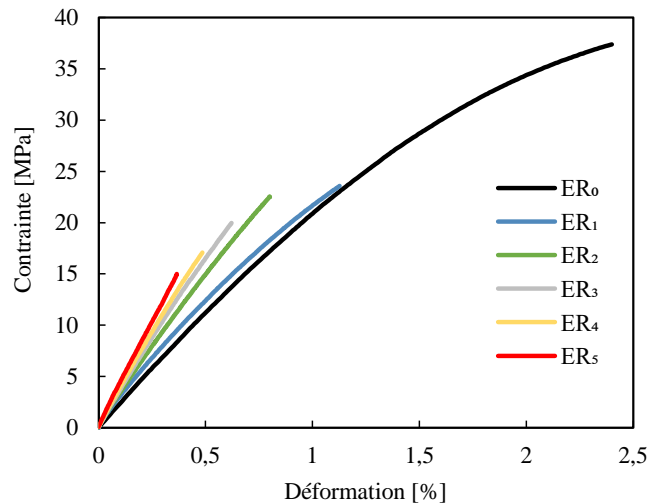
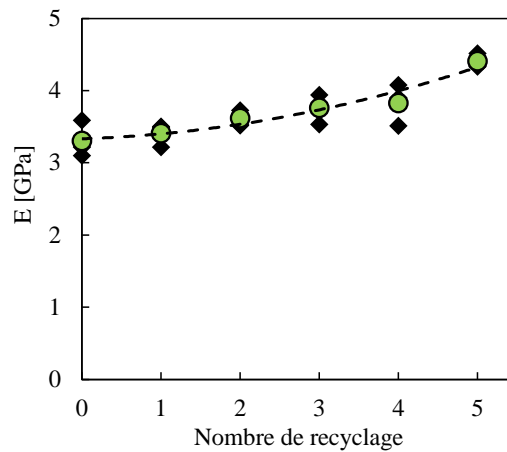


Figure 4.4. Effet du nombre de recyclages sur les courbes contrainte/déformation de la résine Elium

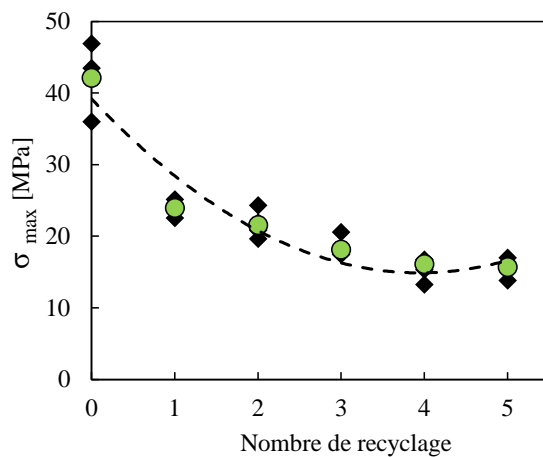
Tableau 4.1. Propriétés mécaniques de la résine Elium recyclée et non recyclée.

$ER_i$	$\rho$ [kg/m <sup>3</sup> ]	$E^{\pm Ecart type}$ [GPa]	$\sigma_{max}^{\pm Ecart type}$ [Mpa]	$\epsilon_{max}^{\pm Ecart type}$ [%]	$\nu^{\pm Ecart type}$
$ER_0$	1130	$3,3 \pm 0,3$	$44 \pm 10$	$2,03 \pm 0,38$	$0,40^{\pm 0,03}$
$ER_1$	$1142^{\pm 10}$	$3,4 \pm 0,1$	$24 \pm 2$	$1,07 \pm 0,23$	$0,45^{\pm 0,03}$
$ER_2$	$1154^{\pm 6}$	$3,6 \pm 0,1$	$22 \pm 2$	$0,71 \pm 0,09$	$0,44^{\pm 0,01}$
$ER_3$	$1180^{\pm 4}$	$3,7 \pm 0,2$	$19 \pm 2$	$0,58 \pm 0,05$	$0,46^{\pm 0,03}$
$ER_4$	$1235^{\pm 6}$	$3,9 \pm 0,3$	$16 \pm 2$	$0,45 \pm 0,26$	$0,47^{\pm 0,05}$
$ER_5$	$1283^{\pm 8}$	$4,4 \pm 0,1$	$16 \pm 2$	$0,41 \pm 0,07$	$0,49^{\pm 0,06}$

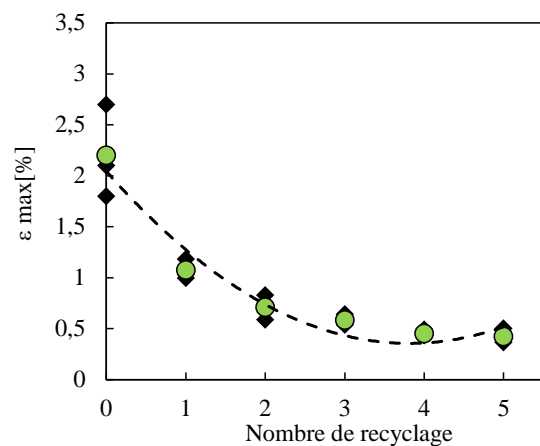
La figure 4.5. présente l'effet des opérations de recyclage sur les propriétés mécaniques de la résine Elium. On remarque un effet négatif sur les propriétés à la rupture (Fig 4.5.b et c). La contrainte à la rupture diminue lorsque le nombre de cycles de recyclage augmente. Elle passe de 44 MPa pour résine non recyclée ( $ER_0$ ) jusqu'au 16 MPa après cinq opérations de recyclage ( $ER_5$ ). De plus, une diminution significative de la déformation ultime de 2,03% ( $ER_0$ ) à 0,41% ( $ER_5$ ) est observée. Cet effet peut être expliqué entre autres par les différentes étapes de découpe des déchets d'Elium en petits grains nécessaires au procédé de recyclage. Cette étape génère de multiples ruptures de la chaîne polymère et par conséquent une baisse des propriétés ultimes (déformation et contrainte). Au contraire, les opérations de recyclage présentent un effet positif sur le module d'élasticité (Fig 4.5.a) qui augmente avec le nombre de cycles de recyclage.



(a)



(b)



(c)

Figure 4.5. Effet du recyclage sur les propriétés mécaniques en statique de la résine Elium : a) module de Young, b) contrainte à la rupture et c) déformation à la rupture

La valeur du module passe de 3,3 GPa pour la résine non recyclée ( $ER_0$ ) à 4,4 GPa pour la résine cinq fois recyclée ( $ER_5$ ). Le module évolue d'environ + 3%, + 9%, + 12%, + 18% et + 33% pour les résines recyclées  $ER_1$ ,  $ER_2$ ,  $ER_3$ ,  $ER_4$  et  $ER_5$  respectivement, par rapport à la résine non recyclée  $ER_0$ . Cette évolution montre une corrélation étroite avec l'augmentation de la masse volumique pour des recyclages répétés. Selon Kholodovych et al. [197], la masse volumique est souvent le seul paramètre le plus clairement lié aux propriétés physiques et mécaniques des polymères. Pour de nombreux polymères, les propriétés dépendent de la cristallinité, telles que la rigidité et la limite d'élasticité ont tendance à augmenter avec une augmentation de la masse volumique [5]. Ainsi, l'augmentation de la rigidité de la résine Elium en fonction de nombre de cycles de recyclage semble être liée à l'augmentation du degré de cristallinité.

#### 4.3.2. Composites Lin/Elium recyclés

Les propriétés mécaniques du composite non recyclé ( $CR_0$ ) et des composites recyclés ( $CR_1$ ,  $CR_2$ ,  $CR_3$ ,  $CR_4$  et  $CR_5$ ) sont déterminées par des essais de traction quasi-statiques unidirectionnels. Les courbes contrainte/déformation mesurées à partir de ces essais sont représentées sur la figure 4.6. Pour chaque matériau, ces courbes sont composées de deux parties. La première partie courte est linéaire, c'est le domaine élastique du matériau permettant de mesurer les caractéristiques élastiques. La deuxième est légèrement incurvée et reste quasi-linéaire où la contrainte augmente progressivement en fonction de la déformation jusqu'à la rupture qui est du type fragile. Il est à remarquer une très bonne répétabilité des essais et particulièrement dans la partie linéaire des courbes et une légère variabilité des zones avant la rupture. Pour le composite non recyclé ( $CR_0$ ), les résultats de la figure 4.6.a montrent une superposition dans la partie élastique des courbes de l'ensemble des éprouvettes testées. La perte de rigidité apparaît après la limite d'élasticité qui intervient pour un niveau de déformation très faible d'environ 0,2% et correspond à un niveau de contrainte d'environ 12 MPa. A la fin des essais, une dispersion d'environ 15% dans les propriétés de défaillance est observée. Cette variation peut s'expliquer par le fait que l'orientation des fibres est aléatoire dans les composites étudiés. De plus, il est à noter que le matériau non recyclé ( $CR_0$ ) présente des propriétés mécaniques meilleures. Il présente aussi des propriétés à la rupture plus élevées ( $\sigma_r = 50$  MPa, et  $\varepsilon_r = 0,82\%$ ) et a un module d'élasticité supérieur à celui des composites recyclés ( $E = 8,2$  GPa).

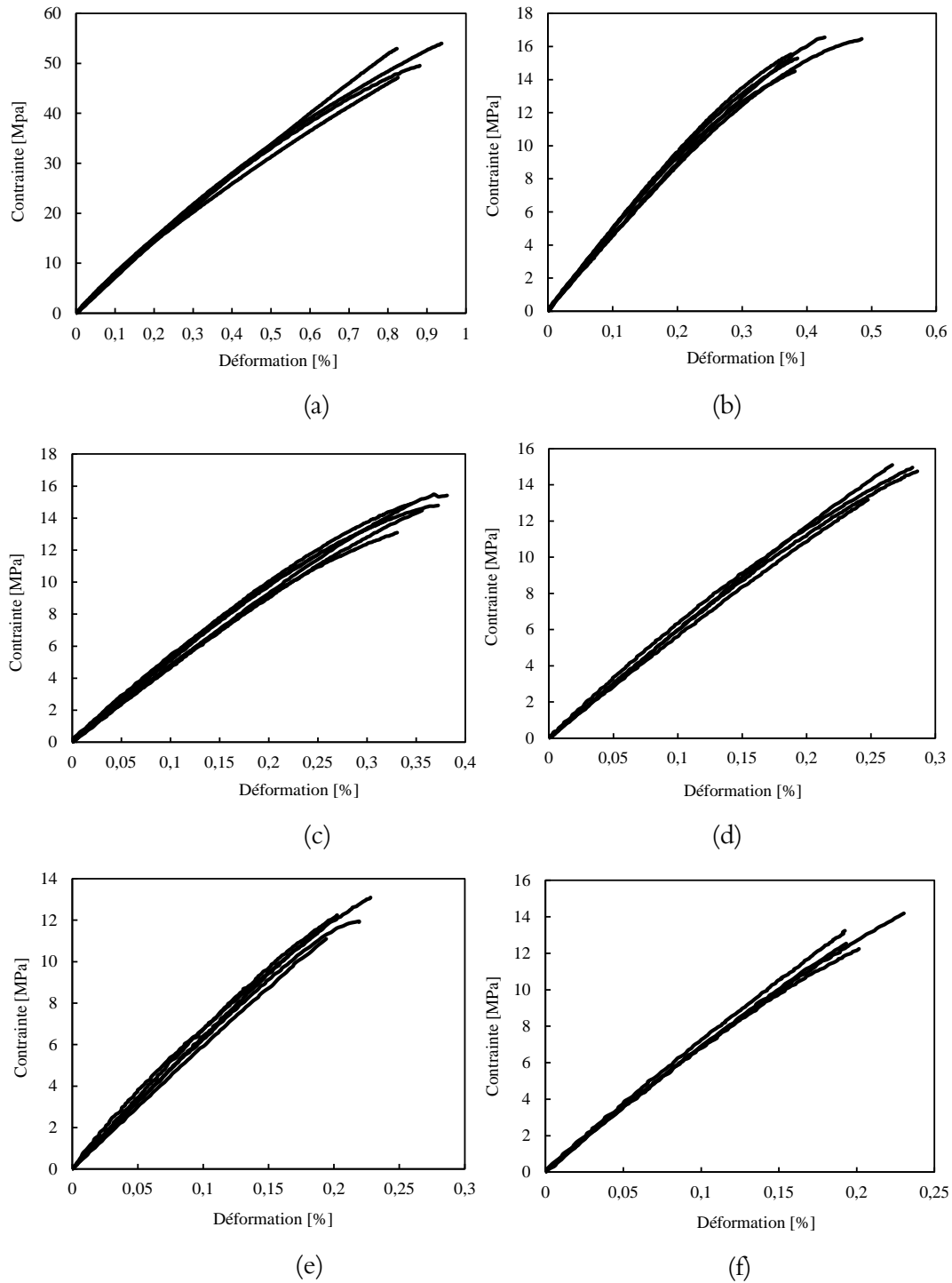


Figure 4.6-Courbes contrainte/déformation en traction des composites recyclés et non recyclés : a) CR<sub>0</sub>, b) CR<sub>1</sub>, c) CR<sub>2</sub>, d) CR<sub>3</sub>, e) CR<sub>4</sub> et f) CR<sub>5</sub>

Les courbes contrainte/déformation des éprouvettes CR<sub>1</sub> (avec une seule opération de recyclage) données dans la figure 4.6.b, montre un comportement linéaire jusqu'à une déformation proche de 0,1% et correspondant à une contrainte d'environ 5 MPa. Ensuite, une diminution de la pente est observée avec un comportement reste quasi-linéaire. La rupture des échantillons se produit pour une valeur de déformation et de contrainte d'environ 0,5% et 15,6

MPa respectivement. Le même comportement mécanique a été observé dans les autres éprouvettes à différents cycles de recyclage ( $CR_2$ ,  $CR_3$ ,  $CR_4$  et  $CR_5$ ) (Fig.4.6.c à f) mais avec des propriétés mécaniques qui diminuent en fonction du nombre de cycles de recyclage. Les composites recyclés présentent des performances mécaniques inférieures à celles du matériau non recyclé  $CR_0$ . Ce résultat peut s'expliquer, d'une part, par le procédé de fabrication. En effet, le composite  $CR_0$  est fabriqué par injection de la résine alors que les composites recyclés sont fabriqués par thermocompression. De plus, la dégradation des propriétés du composite est principalement liée aux conditions de traitement.

Il convient de rappeler que le matériau fabriqué avant ce processus de recyclage est un composite renforcé de fibres courtes de mêmes dimensions que les déchets. Ensuite, la taille de ces fibres diminue avec l'augmentation du nombre de cycles de recyclage en raison de l'opération de découpe des déchets. Par conséquent, ce procédé de recyclage entraînerait par définition une baisse des performances du composite en raison de la réduction de la longueur des fibres et aussi l'impossibilité de contrôler leur orientation. La figure 4.7. montre l'effet du nombre de cycles de recyclage sur les courbes de contrainte/déformation des matériaux recyclés. Il est à noter une diminution de la pente de la partie linéaire et des caractéristiques à la rupture avec l'augmentation du nombre de cycles de recyclage.

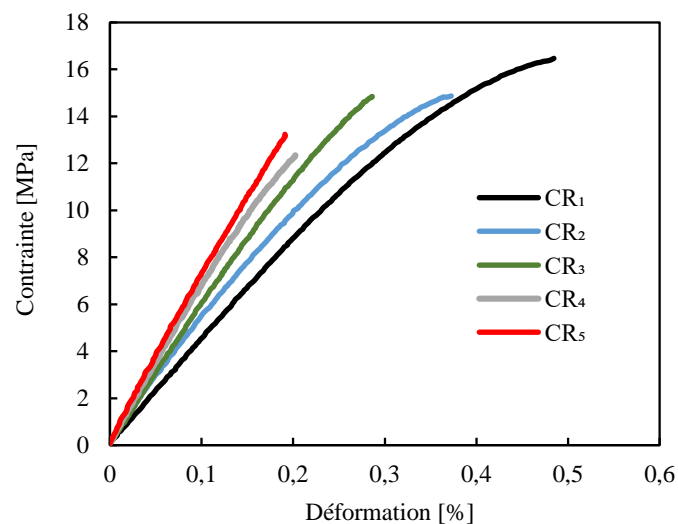
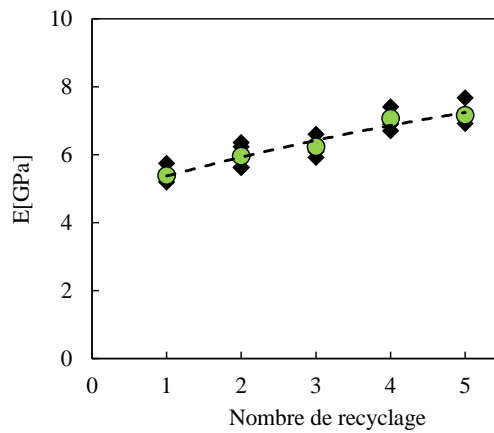


Figure 4.7. Effet du nombre de cycles de recyclage sur les courbes contrainte/déformation du composite lin/Elium

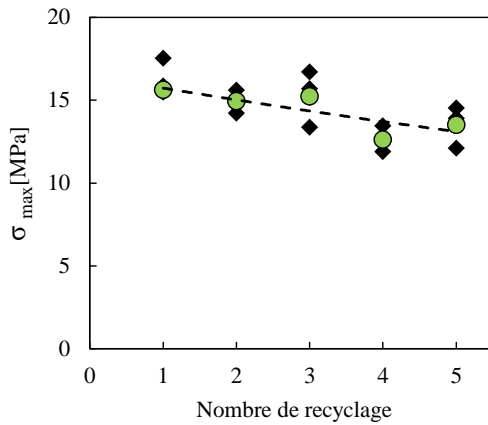
Les principales propriétés statiques des composites recyclés et non recyclés sont synthétisées dans le tableau 4.2 et dans la figure 4.8.

**Tableau 4.2. Propriétés mécaniques des composites lin/Elium recyclés et non recyclés**

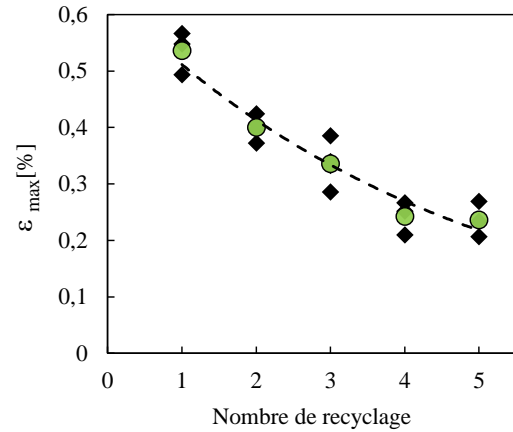
$CR_i$	$\rho$ [kg/m <sup>3</sup> ]	$E^{\pm Ecart\ type}$ [GPa]	$\sigma_{max}^{\pm Ecart\ type}$ [Mpa]	$\varepsilon_{max}^{\pm Ecart\ type}$ (%)	$\nu^{\pm Ecart\ type}$
CR <sub>0</sub>	1145 <sup>±25</sup>	8,2 <sup>±0,5</sup>	50,2 <sup>±9,5</sup>	0,82 <sup>±0,19</sup>	0,3 <sup>±0,05</sup>
CR <sub>1</sub>	1230 <sup>±10</sup>	5,4 <sup>±0,2</sup>	15,6 <sup>±1,6</sup>	0,55 <sup>±0,05</sup>	0,28 <sup>±0,07</sup>
CR <sub>2</sub>	1253 <sup>±6</sup>	5,9 <sup>±0,4</sup>	14,9 <sup>±0,6</sup>	0,32 <sup>±0,03</sup>	0,27 <sup>±0,03</sup>
CR <sub>3</sub>	1286 <sup>±5</sup>	6,3 <sup>±0,3</sup>	15,2 <sup>±1,4</sup>	0,28 <sup>±0,04</sup>	0,23 <sup>±0,04</sup>
CR <sub>4</sub>	1316 <sup>±15</sup>	7,1 <sup>±0,1</sup>	12,4 <sup>±0,4</sup>	0,25 <sup>±0,04</sup>	0,32 <sup>±0,06</sup>
CR <sub>5</sub>	1338 <sup>±12</sup>	7,1 <sup>±0,2</sup>	13 <sup>±0,8</sup>	0,23 <sup>±0,03</sup>	0,25 <sup>±0,03</sup>



(a)



(b)



(c)

**Figure 4.8. Effet du nombre de recyclage sur les propriétés mécaniques du composite lin/Elium : a) module d'Young, b) contrainte à la rupture et c) déformation à la rupture**

La valeur du module de Young  $E$  augmente avec la répétition du processus de recyclage. Une augmentation progressive de 5,4 GPa à 7,1 GPa est observée. L'évolution est d'environ +10%, +16%, +30% et +33% pour les composites recyclés CR<sub>2</sub>, CR<sub>3</sub>, CR<sub>4</sub> et CR<sub>5</sub>

respectivement, par rapport au composite CR<sub>1</sub>. En revanche, on constate une diminution significative de la résistance et de la déformation à la rupture en fonction de nombre cycles de recyclages (Fig 4.8.b à c et tab 4.2.). La résistance diminue de 15,6 MPa (CR<sub>1</sub>) à 13 MPa (CR<sub>5</sub>) après cinq opérations de recyclage. De la même manière, une baisse de la déformation ultime de 0,55% à 0,23% est observée. Cette baisse est principalement liée aux conditions de traitement des composites recyclés qui exige à la fois des étapes de découpage et de sollicitations générées par le process de recyclage à savoir la haute température et la haute pression préconisées lors de fabrication. Elle peut être liée aussi à la succession de chaînes de scission du polymère qui dégrade les propriétés de la résine Elium et par conséquent la dégradation des propriétés du composite lin/Elium recyclé. Au niveau du renfort, la détérioration de l'interface fibre/matrice peut expliquer aussi cette baisse. En revanche, dans les mêmes conditions de recyclage, ce procédé semble avoir un effet bénéfique sur le module de Young. Les résultats montrent que la valeur du module de Young  $E$  augmente avec l'augmentation du nombre de cycles recyclage. Cette évolution est en corrélation avec l'augmentation de la masse volumique du matériau recyclé. Ainsi, l'augmentation de la rigidité semble être liée à l'augmentation du degré de cristallinité de la résine Elium.

#### **4.4. Étude des mécanismes d'endommagement en traction statique**

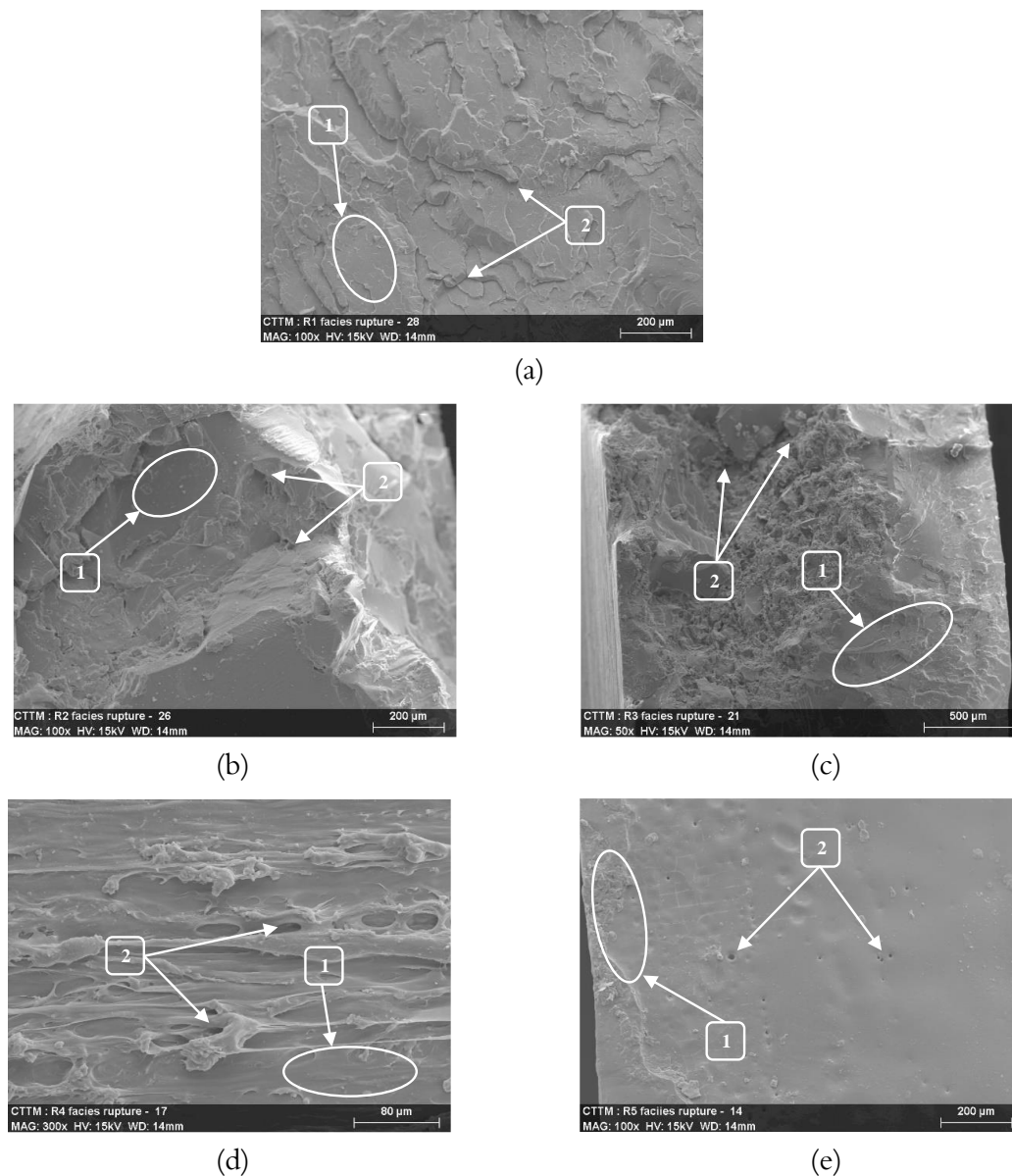
Conjointement à l'étude du comportement mécanique des différents matériaux recyclés et non recyclés, diverses analyses de la rupture ont été réalisées afin d'étudier les principaux mécanismes d'endommagement survenant et de comprendre leurs effets sur le comportement des composites recyclés et non recyclés. L'analyse micrographique a été associée à la technique d'émission acoustique. Les signaux acoustiques détectés lors de ces essais ont été traités et regroupés dans des classes acoustiques par une méthode de classification multiparamétrique non supervisée «K-moyennes ». Elle permet d'identifier les différents mécanismes d'endommagement des composites recyclés et non recyclés et de les associer à des signatures acoustiques.

##### **4.4.1. Analyse microscopique**

###### **4.4.1.1. Résine Elium recyclée**

Des analyses microscopiques des faciès de rupture de la résine d'Elium recyclée et non recyclée ont été réalisées avec un microscope électronique à balayage (MEB). Les résultats obtenus sont reportés sur la figure 4.9. Ils montrent la présence de nombreuses zones d'endommagement. Dans l'ensemble des matériaux étudiés, des zones avec des surfaces de rupture dont le profil est rectiligne (étiquette 1). D'autres zones avec des surfaces de rupture

rugueuses (étiquette 2) ou des surfaces arrachées. Ils rejoignent ceux développés dans les travaux de Bravo et al. [172] dans leur étude sur les biocomposites et utilisant une résine thermoplastique en polyéthylène avec une faible masse volumique. Le premier mécanisme d'endommagement est dû au frottement matrice/matrice (Fig 4.9. étiquette 1). Le deuxième mécanisme d'endommagement est la fissuration de la matrice (Fig 4.9. étiquette 2). Ces ruptures sont dues à la propagation de microfissures dans la zone contenant des défauts qui peuvent être présents dans la matrice (inclusions, porosités...etc.). Ces microfissures provoquent la propagation de macro-fissures dans la direction perpendiculaire à la sollicitation et entraînant ainsi la rupture totale du matériau.



**Figure 4.9. Observations au MEB des faciès de rupture des éprouvettes de la résine recyclées : a) ER<sub>1</sub>, b) ER<sub>2</sub>, c) ER<sub>3</sub>, d) ER<sub>4</sub> et e) ER<sub>5</sub>**



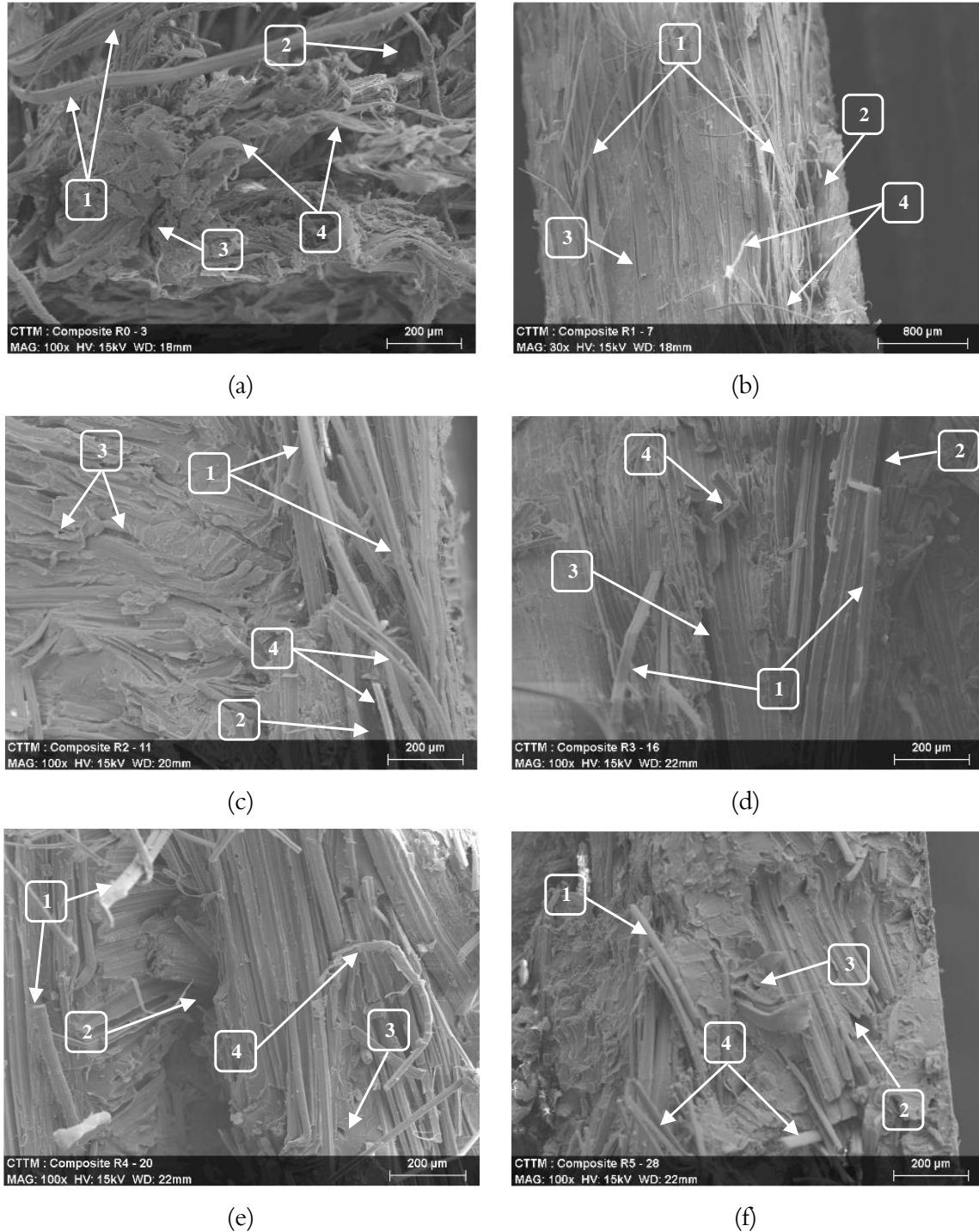
#### 4.4.1.2. Composites lin/Elium recyclés

Afin d'étudier les principaux mécanismes d'endommagement survenant dans les composites recyclés et non recyclés et de comprendre leurs effets sur leur comportement mécanique en statique et en fatigue, plusieurs analyses microscopiques sont effectuées à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) sur les faciès de rupture des éprouvettes testées. Les résultats obtenus sont illustrés en figure 4.10.

Différents mécanismes d'endommagement sont identifiés à partir des sections micrographiques des éprouvettes testées. Les zones étiquetées 1 (Fig 4.10.) montrent plusieurs zones où les fibres ne sont pas imprégnées par la matrice en raison de leur très haute densité. Plusieurs fissures peuvent être observées dans ces zones. C'est la décohésion à l'interface fibre/matrice qui est observée dans chaque échantillon recyclé (Fig 4.10. étiquette 1). On observe également des décohésions entre les grains composites (faisceaux de fibres) (Fig 4.10. étiquette 2). Certaines fissures dans la matrice peuvent également être observées, mais sont assez difficiles à détecter ( Fig 4.10. étiquette 3). Il s'agit, le plus souvent, de propagations de microfissures dans la zone contenant des défauts au niveau des inclusions et des porosités. La porosité est l'un des phénomènes qui a la grande influence sur le processus de fabrication des composites. La présence de porosités, qui sont des discontinuités de structures, peut réduire considérablement les résistances à la traction, à la compression, au cisaillement inter laminaire et aux résistances structurelles d'un composite. Ces microfissures vont provoquer la propagation de l'endommagement dans la direction perpendiculaire à la contrainte. Ces endommagements peuvent donner naissance à des décohésions interfaciales (interfaces entre les grains composites). Dans cette zone, des frottements entre grains peuvent également apparaître et provoquer des défauts, tels que le délaminage. Ces défauts peuvent créer aussi des défauts complexes au niveau des fibres. À ce stade, des mécanismes de rupture complexes peuvent être observés à l'échelle des fibres. Les fibres complètement cassées, les fibres pelées et les fibres déchirées ont été observées (Fig 4.10. étiquette 4). Ces endommagements peuvent être liés aux opérations de découpe multiple des fibres lors du procédé de recyclage. De plus, des fibres arrachées ont été observées lors des analyses microscopiques de chaque échantillon.

En conclusion, la progression de l'endommagement dépend essentiellement de la propagation de microfissures dans la matrice initiées au niveau des porosités et des inclusions ce qui génère des fissures matricielles. Cette progression dépend également de la qualité de l'interface fibre/matrice ainsi que de la déformation plastique globale et locale dans la zone d'interface (surfaces entre deux faisceaux de fibres). Sans oublier également les mécanismes de

défaillance provoqués par l'endommagement des fibres (arrachement des fibres, fibres pelées et déchirées, fibres cassées).



**Figure 4.10. Observations au MEB des faciès de ruptures des éprouvettes du composite lin/Elium recyclé et non recyclé : a) CR<sub>0</sub>, b) CR<sub>1</sub>, c) CR<sub>2</sub>, d) CR<sub>3</sub>, e) CR<sub>4</sub> et f) CR<sub>5</sub>**

#### 4.4.2. Analyse par émission acoustique (EA)

##### 4.4.2.1. Résine Elium recyclée

La classification des données de l'émission acoustique détectées lors des essais mécaniques a été effectuée par l'algorithme des  $k$ -moyennes. Cet algorithme sépare une population de  $n$  évènements en un nombre optimal de  $k$  classes. L'application de cet algorithme a permis d'identifier deux classes de signaux pour l'ensemble des résines recyclées dont les résultats sont illustrés dans la figure 4.11. La figure 4.11.a présente la distribution des amplitudes de classes acoustiques et de la charge appliquée en fonction du temps. Il semble que les classes des événements acoustiques sont bien séparées en termes d'amplitude pour toutes les opérations de recyclage. Les points verts représentent les salves acoustiques de classe A dont les amplitudes sont comprises entre 38 dB et 55 dB. Les points bleus représentent les événements de classe B dont les amplitudes sont comprises entre 55 dB et 90 dB (classe B).

En se basant sur les observations microscopiques effectuées sur les faciès de rupture et les résultats de classification, les mécanismes d'endommagement apparaissant dans les éprouvettes de résine Elium recyclée sont la fissuration matricielle «classe A» et le frottement matrice/matrice «classe B». La figure 4.11.b présente le nombre de coups cumulés pour chaque classe en fonction du temps. Il s'agit d'un bon indicateur de la chronologie d'appariation et de l'évolution de chaque classe d'événements acoustiques de chaque type d'endommagement. Le nombre d'événements détectés est d'environ 640, 820, 1770, 13240, 14250 des matériaux recyclés ER<sub>1</sub>, ER<sub>2</sub>, ER<sub>3</sub>, ER<sub>4</sub>, ER<sub>5</sub> respectivement. Le matériau ayant subi cinq opérations de recyclage (ER<sub>5</sub>) présente le plus grand nombre d'événements acoustiques. Pour tous ces matériaux, nous constatons aussi que l'activité acoustique se déroule en deux phases. Tout d'abord, une première phase avec une très faible activité acoustique, ou quelque fois inexistante, a été enregistrée. Dans cette phase élastique linéaire et courte peu ou pas d'endommagements ne sont créés. Ensuite une deuxième phase caractérisée par une augmentation régulière de l'activité acoustique correspondant aussi à une diminution la pente de la courbe charge/temps, reflétant ainsi le début du comportement viscoélastique. À la fin de cette phase et pour tous les échantillons (ER<sub>j</sub>), nous constatons une augmentation significative du nombre de coups de chaque classe juste avant la rupture totale de l'éprouvette. Par conséquent, les données AE peuvent être corrélées à la forme des courbes contrainte/déformation mesurées lors de ces essais.

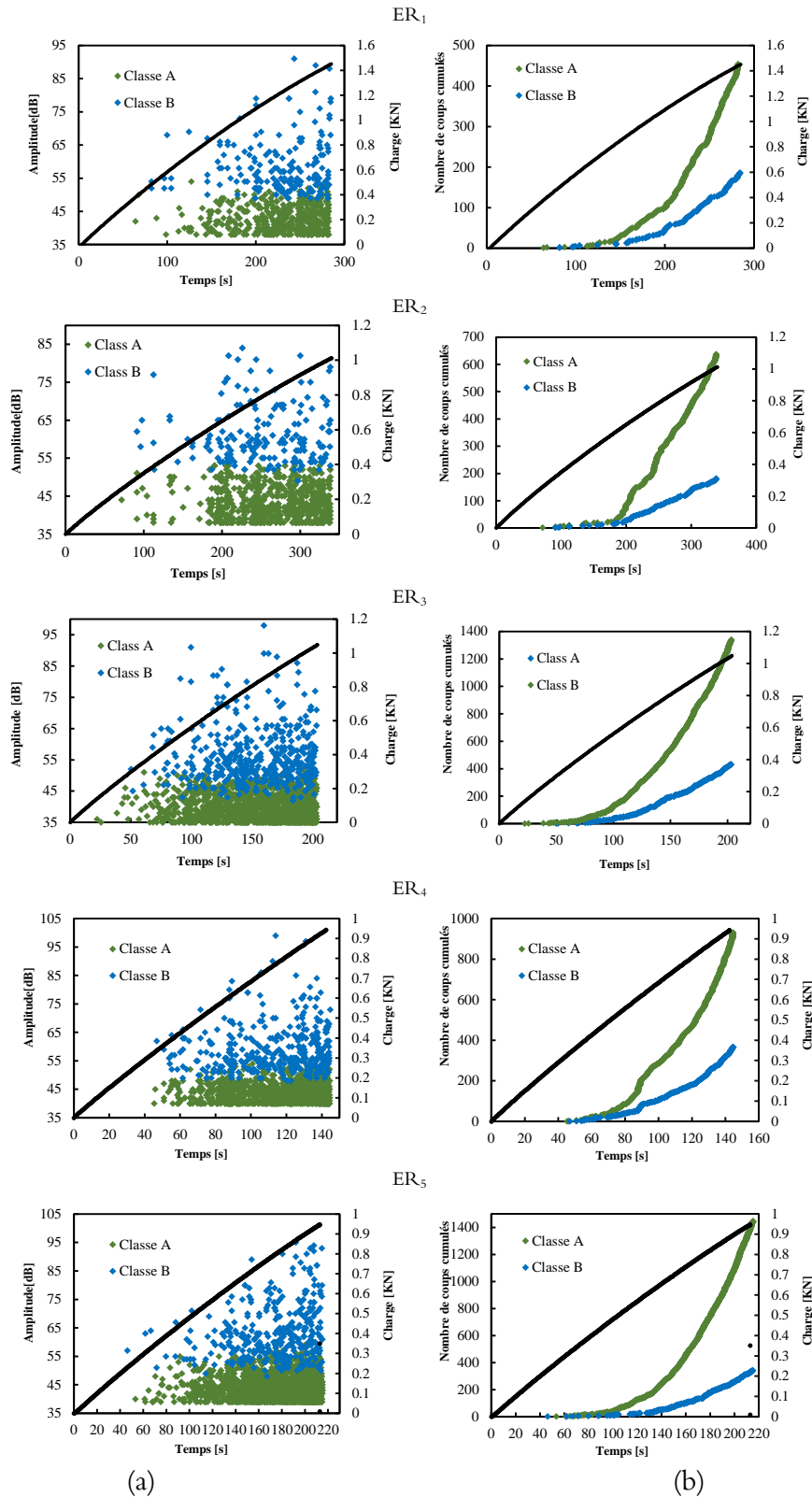


Figure 4.11. Résultats de la classification des signaux d'EA détectés dans la résine Elium recyclée : a) distribution d'amplitude des événements en fonction du temps et b) chronologie d'apparition et évolution des classes acoustiques

#### 4.4.2.2. Composites lin/Elium recyclés

Le traitement des signaux acoustiques des composites recyclés et non recyclés par l'algorithme de K-moyennes est reporté dans la figure 4.12. en termes de l'évolution de l'amplitude, le nombre de coups cumulés ainsi que de l'énergie en fonction du temps. Ainsi, trois classes sont observées dans le composite non recyclé ( $CR_0$ ) et recyclé jusqu'à deux opérations de recyclage ( $CR_1$ ,  $CR_2$ ), alors que seulement deux classes sont détectées dans le composite recyclé au-delà de deux opérations de recyclage ( $CR_3$ ,  $CR_4$  et  $CR_5$ ). Comme il a été noté auparavant, les résultats obtenus dans le cas de ces composites montrent que l'activité acoustique se déroulent en deux phases. Une première phase avec une activité acoustique très faible est enregistrée, correspondant au comportement élastique des matériaux où la courbe force/temps est linéaire. Très peu d'endommagements sont détectés dans cette phase. Une deuxième phase avec une augmentation progressive de l'activité acoustique correspondant à une diminution de la pente de la courbe force/temps caractérisant le début du comportement viscoélastique et endommageable des matériaux. Le nombre de coups cumulés pour chaque classe acoustique en fonction du temps est illustré dans la figure 4.12.b. Cette figure montre la chronologie et l'évolution de chaque classe d'événement acoustique au cours des essais. Le nombre d'événements enregistrés est d'environ 6000, 1400, 1380, 446, 285 et 430 pour les composites  $CR_0$ ,  $CR_1$ ,  $CR_2$ ,  $CR_3$ ,  $CR_4$  et  $CR_5$  respectivement. Pour tous les matériaux, le nombre de coups présente une augmentation importante de toutes les classes justes avant la rupture totale du matériau. L'énergie absolue cumulée de chaque classe acoustique en fonction du temps est donnée dans la figure 4.12.c. Pour les cinq opérations de recyclage, la classe B présente l'énergie cumulée la plus élevée. Elle augmente très rapidement juste avant la rupture totale de l'éprouvette. Les signaux de la classe A présentent une énergie absolue cumulée négligeable par rapport celle de la classe B. Cette énergie constitue aussi un indicateur de la source du phénomène physique qui émet ce type de signaux. Généralement, les endommagements produits par la matrice se caractérisent par une énergie plus faible que celles émises par les autres modes d'endommagement des composites [166].

La méthode de classification constitue une solution mathématique permettant la séparation des données sans vraiment prendre en compte le phénomène physique responsable à l'apparition de ces données. Cependant, il est important de vérifier que la classe nommée « A » (de même pour les classes B et C) dans le composite non recyclé  $CR_0$  était la même que celle également appelée « A » (classe B et classe C) dans les cinq composites recyclés  $CR_1$ ,  $CR_2$ ,  $CR_3$ ,  $CR_4$ ,  $CR_5$ . Pour cela, les propriétés moyennes des classes de chaque éprouvette ont été comparées, ainsi que leur répartition statistique.

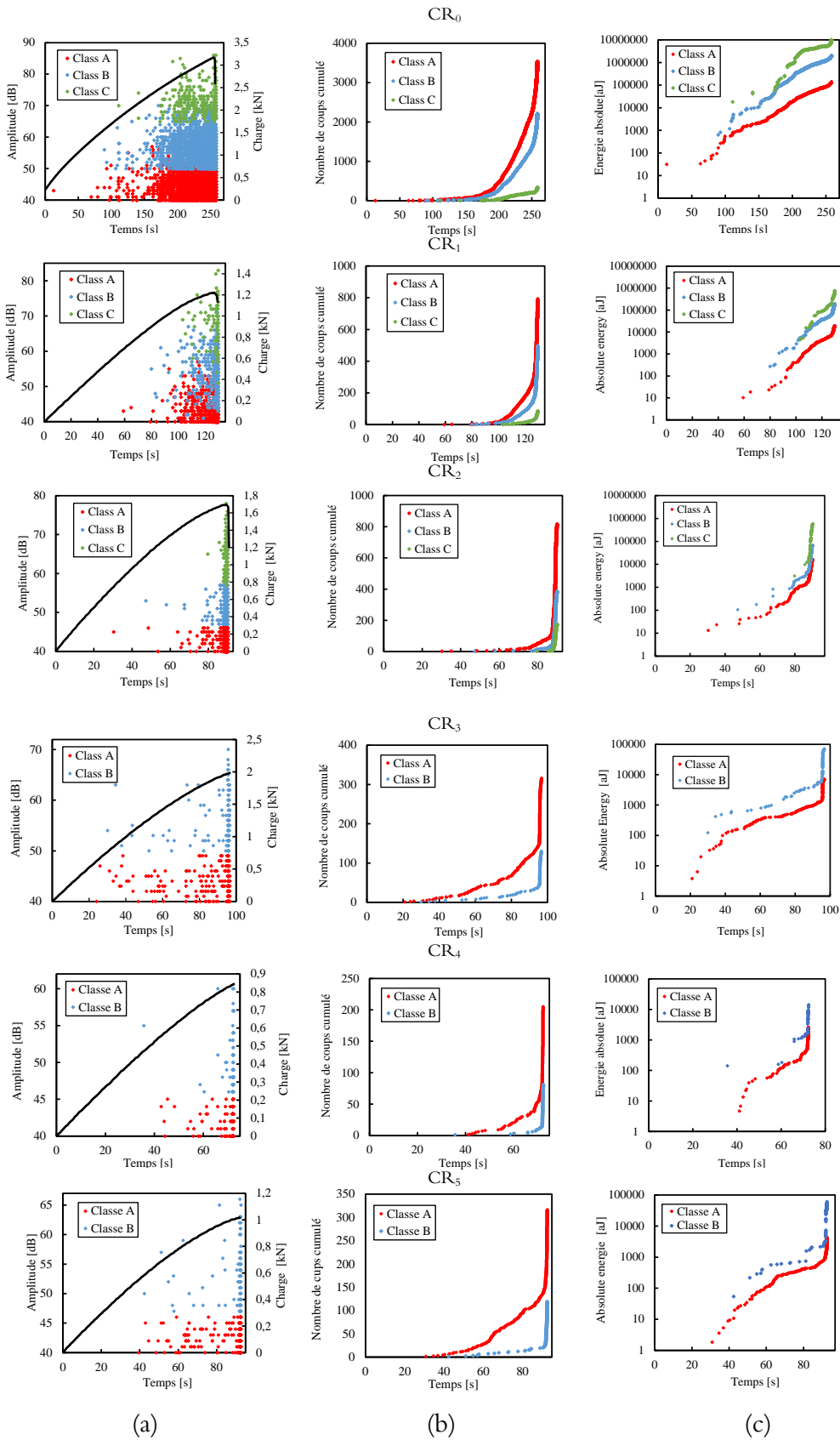


Figure 4. 12. Résultats de classification des signaux d'EA détectés du composite lin/Elium recyclé : a) distribution d'amplitude des évènements b) chronologie d'apparition et c) énergie absolue

La figure 4.13. montre les valeurs moyennes des cinq paramètres choisis pour tous les matériaux. Les résultats sont présentés par des diagrammes en radar. Ces figures permettent, selon les formes obtenues, d'identifier rapidement les signatures acoustiques des différentes classes. On constate que les valeurs moyennes des propriétés de chaque classe présentent une bonne similarité d'un matériau à l'autre. Ainsi, on peut supposer que la classe A obtenue dans un matériau donné (de même pour les classe B et C) correspond à la classe A obtenue dans une autre (de même pour les classe B et C). Ce résultat est particulièrement important pour pouvoir attribuer des mécanismes d'endommagement aux classes acoustiques détectées. En comparant les valeurs moyennes de la durée, nombre de coups et le temps de montée, la classe C apparait relativement semblable à la classe B. L'amplitude et l'énergie des signaux sont alors les principaux éléments séparateurs. La classe C présente les signaux les plus énergétiques et ayant des amplitudes les plus élevées.

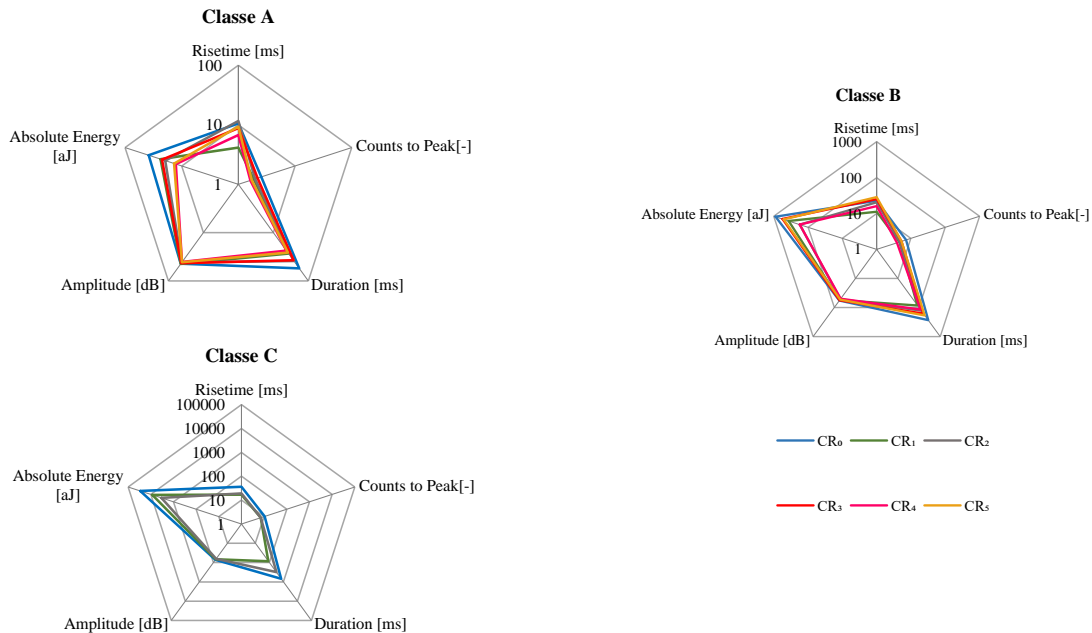


Figure 4.13. Caractéristiques moyennes des classes acoustiques du composite lin/Elium recyclé et non recyclé.

La figure 4.14. montre un graphe de comparaison entre les caractéristiques des classes acoustiques obtenues pour tous les matériaux recyclés et non recyclés. Les résultats sont présentés par des diagrammes à moustaches (diagramme de turkey). Elles représentent l'étendue des propriétés des signaux acoustiques et constituent une étude statistique des données détectées. Dans cette étude, les données ont été divisées en quatre parts égales par trois quartiles ( $q_1, q_2, q_3$ ), de sorte que chaque partie représente 25% de propriétés. Les bordures de la boîte centrale de haut en bas représentent le premier quartile  $q_1$  et le troisième quartile  $q_3$ . La ligne médiane qui traverse cette boîte correspond au deuxième quartile  $q_2$ . Cette boîte présente 50% des données

acoustiques. Les segments ajoutés aux extrémités représentent les valeurs extrêmes. Les distributions des signaux des différentes classes pour tous les matériaux testés et pour les cinq classificateurs choisis ont ainsi été représentées. Les résultats montrent une bonne similitude des distributions de l'amplitude et de l'énergie absolue des classes A, B et C pour toutes les éprouvettes. Les distributions de la durée, du nombre de coups jusqu'au pic et du temps de montée présentent plus de diversité entre les éprouvettes, mais cette dispersion reste faible. Ces paramètres sont très sensibles aux signaux concaténés indésirables qui peuvent ne pas avoir été entièrement filtrés par les paramètres d'acquisition.

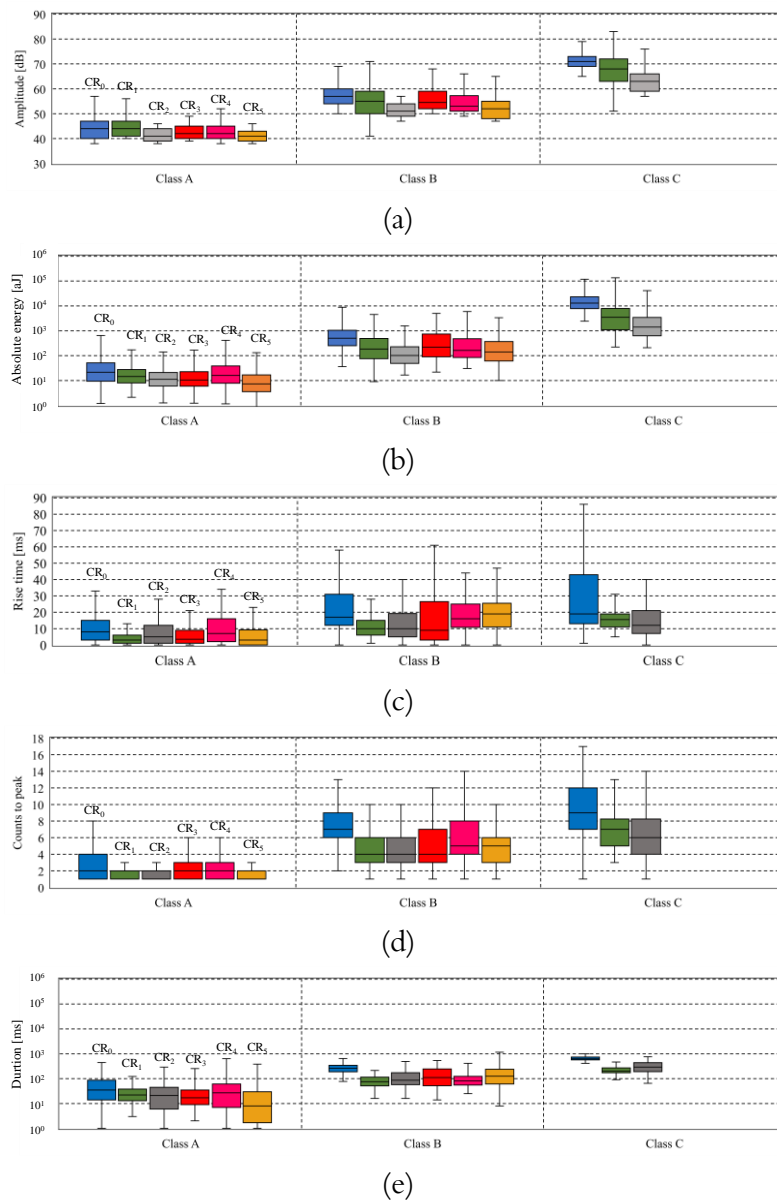


Figure 4.14. Distributions des propriétés des classes d'EA du composite recyclé et non recyclé : a) Amplitude, b) Energie absolue, c) Temps de montée, d) Nombre de coups au pic et d) Durée.



En se basant sur les observations microscopiques (Fig 4.10.) et les résultats de la classification (Fig 4.12.), il semble que le nombre de classes acoustiques ne correspond pas au nombre des mécanismes d'endommagement observés. Par conséquent, les classes d'émission acoustiques peuvent ne pas correspondre à des mécanismes de défaillance unique, il est possible d'associer un groupe de signaux détectés à différents mécanismes d'endommagement. Pour toutes les éprouvettes, les classes A et B apparaissent simultanément dans la chronologie d'apparition des endommagements. Les signaux de ces classes sont relativement similaires pour tous les matériaux en regardant la distribution de cinq descripteurs temporels. L'amplitude de classe A est comprise entre [40 et 55 dB]. Elle peut être liée au mécanisme de microfissurations matricielles qui apparaissent au niveau des inclusions et des porosités [63, 65, 189,]. Les signaux de classe B présentent une amplitude et une énergie supérieure à celle de la classe A, ainsi qu'une durée et un temps de montée plus courts. Selon la littérature [172, 200], la décohésion interfaciale génère généralement des événements ayant des amplitudes et des énergies supérieures à celles de la fissuration matricielle. Par conséquent, la classe B peut être attribuée au mécanisme de décohésion présent à l'interface fibre/matrice ainsi qu'à l'interface entre les grains composites.

L'apparition des classes A et B correspond à la limite d'élasticité observée lors d'un chargement de traction monotone. Au-delà de cette limite d'élasticité et avant la rupture complète des échantillons CR<sub>0</sub>, CR<sub>1</sub> et CR<sub>2</sub>, des événements de classe C sont observés. Dans ces classes, les salves acoustiques sont les plus énergétiques et présentent l'amplitude la plus élevée par rapport aux classes A et B. L'amplitude est comprise entre 60 et 85 dB pour toutes les éprouvettes. De plus, ces événements ont un temps de montée et une durée plus courte. Ainsi, la classe C peut probablement regrouper tous les mécanismes d'endommagements présents au niveau des fibres, tels que les fibres arrachées, pelées, déchirées et cassées. L'apparition de ces mécanismes d'endommagement annonce la rupture totale de l'échantillon. La classe C n'existe pas dans les échantillons CR<sub>3</sub>, CR<sub>4</sub>, CR<sub>5</sub>. En effet, cela peut s'expliquer par l'étape de multi-découpe des déchets composites à chaque opération de recyclage, qui raccourcit de plus en plus les fibres de lin. Cette étape peut éliminer l'effet de la fibre sur la propagation du mécanisme d'endommagement.

## **4.5. Comportement mécanique en fatigue des matériaux recyclés**

### **4.5.1. Propriétés mécaniques**

Différentes éprouvettes des matériaux composites recyclés et non recyclés (CR<sub>0</sub>, CR<sub>1</sub>, CR<sub>2</sub>, CR<sub>3</sub>, CR<sub>4</sub>, CR<sub>5</sub>) testées en traction statique sont reprises lors d'essais en fatigue

traction/traction selon la norme ASTM D3479 [170]. Les essais sont réalisés suivant le protocole décrit dans le *chapitre 2* en contrôlant le signal déplacement qui est de type sinusoïdal. Un déplacement moyen  $D_{\text{moy}}$  égal à 40% du déplacement à la rupture statique ( $D_R$ ) a été imposé. Une amplitude de sollicitation  $D_{\text{amp}}$  égale à 20% du déplacement à la rupture ( $D_R$ ) est utilisée. Lors de ces essais, la variation charge maximale  $F_{\text{max}}$  en fonction du nombre de cycles est enregistrée. Le suivi de la charge maximale constitue une méthode efficace pour étudier la progression des endommagements dans les composites [201]. La charge maximale  $F_{\text{max}}$  est normalisée par celle obtenue dans le premier cycle  $F_{\text{max}0}$ . La figure 4.15. montre l'évolution de la rigidité des matériaux, caractérisée par le rapport ( $F_{\text{max}}/F_{\text{max}0}$ ), en fonction du nombre de cycles (en échelle semi-logarithmique). L'analyse de ces résultats montre que, pour un même niveau de chargement, les matériaux recyclés ont un comportement en fatigue similaire que le matériau non recyclé. En effet, la perte de rigidité se déroule en trois phases. La première se manifeste par une réduction rapide de la charge dès les premiers cycles. Dans la deuxième phase, la diminution devient progressive correspondant à la quasi-totalité des essais. Enfin, dans la troisième phase qui est très courte, la perte de rigidité s'accélère rapidement jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Tous les échantillons testés en fatigue cyclique ont été menés jusqu'à la rupture totale.

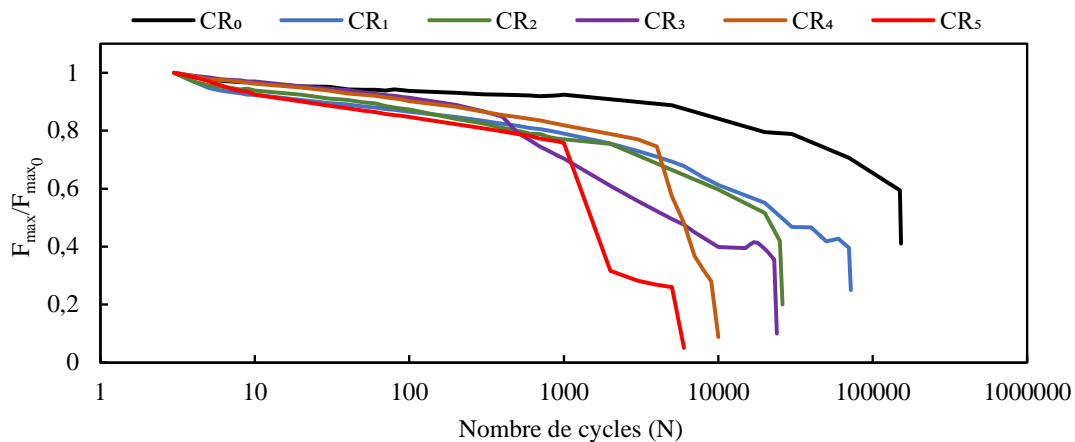


Figure 4.15. Evolution du rapport  $F_{\text{max}}/F_{\text{max}0}$  en fonction du nombre de cycles

Deux critères de durée de vie ont été définis pour caractériser les performances des matériaux testés en fatigue. Ils sont notés  $N_{20}$  et  $N_r$  et correspondent respectivement au nombre de cycles nécessaire entraînant une diminution de la charge de 20% par rapport à la charge initiale ( $N_{20}$ ) et au nombre de cycles nécessaire à la rupture totale de l'éprouvette ( $N_r$ ). Les résultats des valeurs moyennes des durées de vie sont reportés dans le tableau 4.3. pour les différentes opérations de recyclage et dans les mêmes conditions de chargement. Pour tous les échantillons, il est clair que les durées de vie diminuent lorsque le nombre cycles de recyclage augmente. Ce

résultat met en évidence l'influence des opérations de recyclage et de l'architecture des composites recyclés sur la performance des matériaux. Pour un même niveau de chargement, le nombre de cycles nécessaire à la rupture passe de  $150.10^3$  cycles pour le composite non recyclé à  $7.10^3$  pour le composite cinq fois recyclé. La réduction de la durée de vie avec le nombre d'opérations de recyclage est attribuée à la dégradation de la résine en polymère et aux endommagements des interfaces fibre/matrice fibre/fibre et à la longueur des fibres qui diminue avec le nombre croissant de recyclages.

**Tableau 4.3. Effet du recyclage sur les durées de vie  $N_{20}$  et  $N_r$**

Materials	CR <sub>0</sub>	CR <sub>1</sub>	CR <sub>2</sub>	CR <sub>3</sub>	CR <sub>4</sub>	CR <sub>5</sub>
$N_{20}$	10750	1280	840	670	455	220
$N_r$	150120	72364	25700	23550	19800	6870

#### 4.5.2. Amortissement en fatigue

Les caractéristiques énergétiques des cycles de fatigue sont étudiées en analysant l'évolution des cycles d'hystérésis dans tous les matériaux testés. Pour chaque cycle, au moins 100 points expérimentaux sont enregistrés en temps réel. Les cycles d'hystérésis sont ensuite obtenus à partir des données expérimentales de la charge et du déplacement en fonction du temps. À titre d'illustration, nous avons reporté en figure 4.16, l'évolution du cycle d'hystérésis en fonction du nombre de cycles dans le cas d'un composite recyclé une seule fois (CR<sub>1</sub>). Les charges maximale et minimale représentées par les pics de la courbe force/déplacement diminuent lorsque le nombre de cycles augmente comme il a été montré dans la figure 4.15. alors que l'aire intérieure du cycle d'hystérésis augmente avec l'augmentation du nombre de cycles de fatigue. La diminution de la charge maximale et l'augmentation de l'aire du cycle d'hystérésis avec nombre de cycles sont la conséquence du développement de l'endommagement régie par la dégradation au cours de la fatigue du matériau. Lorsque la charge est suffisamment grande, la déformation irréversible et les dommages sont induits, et donc la courbe de la charge en fonction du déplacement est de la forme d'une boucle due à l'hystérésis, c'est-à-dire à la perte de l'énergie. L'aire intérieure engendrée par ces courbes représente l'énergie dissipée au cours du cyclage tandis que l'aire sous la partie supérieure (partie de chargement) du cycle d'hystérésis représente l'énergie potentielle maximale au cours de la fatigue. L'énergie potentielle maximale  $E_p$  et l'énergie dissipée  $E_d$  sont calculées numériquement en utilisant une simple sommation de l'aire à l'aide de la formule de trapèze développée dans le *chapitre 2*.

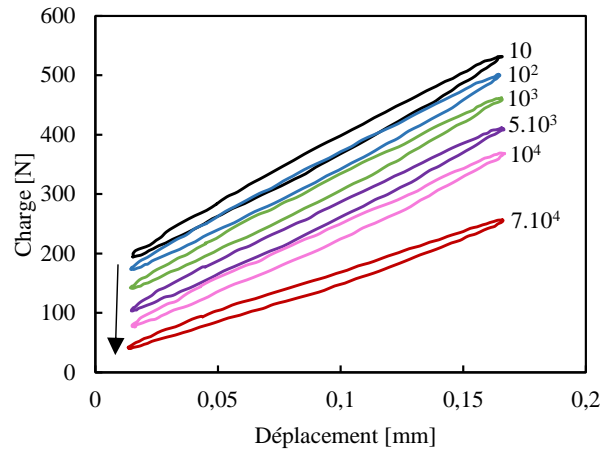


Figure 4.16. Cycles d'hystérésis dans le matériau (CR1)

Au cours de la fatigue des matériaux, une partie de l'énergie est dissipée par le comportement viscoélastique des fibres de lin, l'amortissement à l'interface grains/grains et l'amortissement dû à l'endommagement. Dans les essais de fatigue cycliques, le facteur d'amortissement par cycle est donné par le rapport entre l'énergie dissipée ( $E_d$ ) et l'énergie potentielle maximale emmagasinée ( $E_p$ ) par cycle (Chapitre 2 §2.3.2.3). L'évolution du facteur d'amortissement en fonction du nombre de cycles (en échelle semi-logarithmique) pour les différents matériaux testés est présentée en figure 4.17.

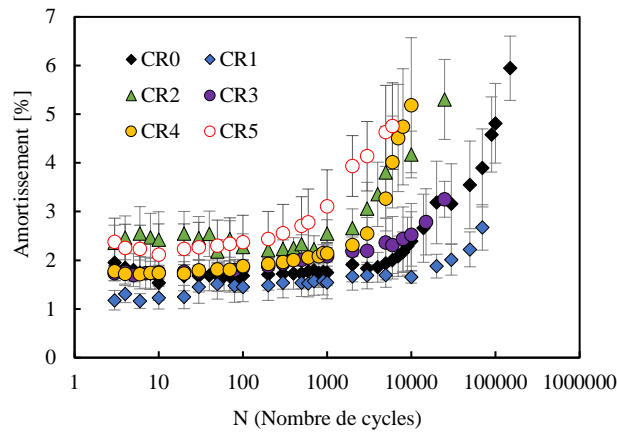


Figure 4.17. Evolution de l'amortissement en fonction du nombre de cycles

Une grande dispersion des résultats est constatée et la variabilité représentée par des barres d'erreur sur les courbes indique la plage des mesures. Pour tous les matériaux, l'amortissement est constant ou varie très peu au cours des premiers cycles de fatigue. Ensuite, une augmentation très importante est constatée lorsque le nombre de cycles augmente. Cette augmentation est la conséquence de l'accumulation des différents mécanismes d'endommagement lors des essais de

fatigue. En effet, avec l'augmentation de nombre de cycles, la quantité de micro-endommagements augmente également. L'apparition de dommages tels que la fissuration de la matrice, la décohésion interfaciale, les dommages au niveau de fibres (arrachement des fibres, fibres pelées et déchirées, fibres cassées) et les mécanismes de fiction font augmenter la quantité de l'énergie dissipée et par conséquent la valeur de l'amortissement augmente également [171]. On peut conclure que la propriété d'amortissement pourrait être un indicateur approprié de la cinétique et l'accumulation de l'endommagement lors des essais de fatigue.

Pour mieux analyser l'effet du nombre d'opérations de recyclage sur l'évolution de l'amortissement, une étude comparative est donnée dans la figure 4.18. Elle représente l'évolution de l'amortissement moyen en fonction du nombre de cycles de recyclage à différents nombres de cycles de fatigue ( $10$ ,  $10^2$ ,  $10^3$ ,  $5 \cdot 10^3$ ,  $10^4$  et  $2,5 \cdot 10^4$  cycles).

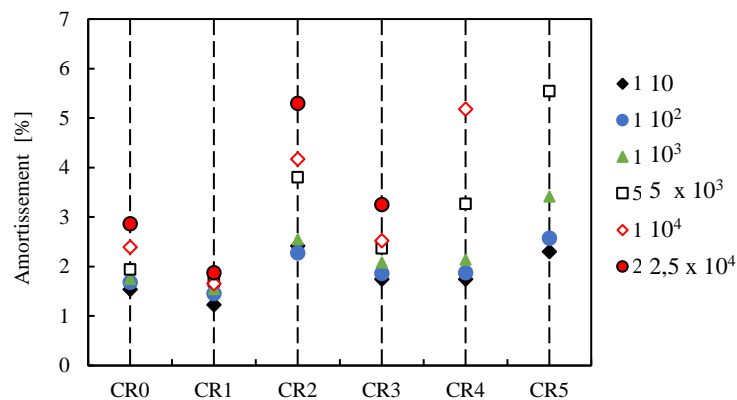


Figure 4.18. Evolution de l'amortissement en fonction du nombre d'opérations de recyclage pour différents cycles de fatigue

Pour les faibles nombres de cycles de fatigue ( $10$ ,  $10^2$ ,  $10^3$ ), les valeurs des facteurs de perte des matériaux recyclés sont proches de la valeur du composite non recyclé. Elles sont comprises entre 1,4% et 3%. Cependant, pour des nombres de cycles de fatigue plus élevés ( $5 \cdot 10^3$ ,  $10^4$  et  $2,5 \cdot 10^4$ ), les coefficients d'amortissement augmentent avec le nombre de cycles de recyclage. À titre d'exemple, à 5000 cycles, la valeur de l'amortissement passe de 1,9% dans le cas du composite non recyclé à 5,5% pour le composite recyclé cinq fois ( $CR_5$ ). Le composite recyclé cinq fois ( $CR_5$ ) présente en général l'amortissement le plus élevé en raison de la dégradation de la matrice, de l'interface grain/grain et fibre/fibre et la diminution de la longueur de la fibre etc.

Il est à noter que les essais de fatigue se caractérisent par une dispersion des valeurs de la durée de vie, de la rigidité et de l'amortissement dépendant de plusieurs paramètres tels que la nature des constituants, de la masse volumique, les épaisseurs, etc. D'une manière générale, cette dispersion est principalement liée à la nature hétérogène des composites. En outre, les éprouvettes

n'ont pas toujours des caractéristiques comparables : fraction volumique, distribution des défauts, résistance à la rupture en statique, etc. La rupture en fatigue dépend d'une série de processus aléatoires dont la conjugaison se traduit par une dispersion dans les résultats obtenus entre les éprouvettes soumises à un même niveau de chargement  $r$  et sollicitées dans les mêmes conditions.

#### 4.5.3. Étude par EA des mécanismes d'endommagement en fatigue

Pour le suivi des essais en fatigue, la méthode d'émission acoustique (EA) est également utilisée. Elle permet d'identifier et caractériser les différents mécanismes d'endommagement entraînant la rupture en fatigue des composites recyclés et non recyclé.

De façon analogue aux essais statiques, le même algorithme de classification (K-moyennes) est utilisé pour analyser les signaux d'EA et les séparer en classes d'événements acoustiques. Les résultats sont donnés dans la figure 4.19. en termes de distribution de l'amplitude et d'évolution du nombre de coups cumulés en fonction du nombre de cycles de fatigue. En se référant à l'analyse et à l'identification des mécanismes d'endommagements développés dans les essais statiques, les résultats permettent de distinguer :

- une première classe A liée à des microfissurations matricielles caractérisées par une faible amplitude et un nombre élevé d'événements.
- une seconde classe B qui apparaît dans la chronologie des événements acoustiques et attribuée aux endommagements causés par les décohésions interfaciales (décohésion à l'interface fibre/matrice ainsi qu'à l'interface grain/grain) caractérisée par une amplitude moyenne et un nombre d'événements cumulés moyen.
- une troisième classe C caractérisée par des amplitudes élevées et un nombre de coups cumulés plus faible. Cette dernière classe est associée aux mécanismes d'endommagements présents à l'échelle des fibres, tels que l'arrachement des fibres, les fibres pelées, déchirées et la rupture des fibres. Cette classe n'est pas présente dans les composites recyclés CR<sub>3</sub>, CR<sub>4</sub>, CR<sub>5</sub>.

Il est à noter que le composite non recyclé (CR<sub>0</sub>) présente les trois classes dès les premiers cycles de fatigue (Fig 4.19.a). L'activité acoustique des classes A et B est beaucoup plus marquée que la classe C. La majeure activité acoustique dans ce matériau (CR<sub>0</sub>) est due à l'initiation et la multiplication de microfissures « classe A » ainsi que les défauts de décohésion interfaciale « classe B ». Contrairement aux essais statiques, dans les tests de fatigue la classe C apparaît dès les premiers cycles, mais le nombre de coups cumulés reste faible par rapport aux autres classes.

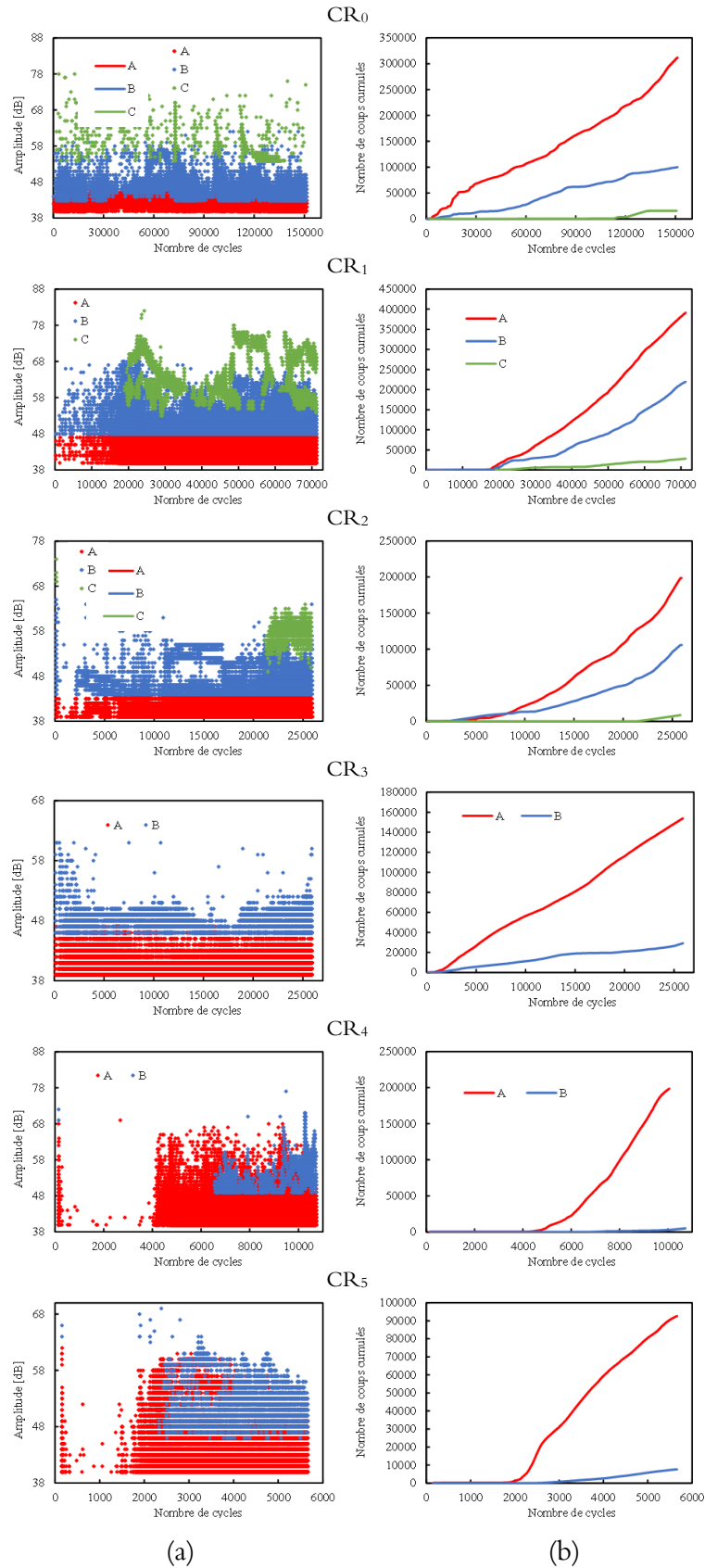


Figure 4.19. Classification des signaux d'EA des composites lin/Elium recyclés en essais de fatigue : a) distribution de l'amplitude des évènements et b) chronologie d'apparition de chaque classe

On peut noter aussi que chaque mécanisme d'endommagement est délimité par une plage d'amplitude : la « classe A » due à la fissuration de la matrice est comprise entre [38–50 dB], la « classe B » due aux décohésions interfaciales est dans la plage [45–60 dB] et la « classe C » due aux dommages liés aux fibres est dans la plage [60–80 dB]. Pour les composites CR<sub>1</sub> et CR<sub>2</sub> recyclés une et deux fois, la classe C n'apparaît pas dès les premiers cycles de fatigue. L'amplitude est légèrement inférieure à celle du composite non recyclé (CR<sub>0</sub>) et diminue avec les opérations de recyclage.

La figure 4.19.b présente l'évolution du nombre de coups cumulés de chaque classe acoustique en fonction de nombre de cycles. Elle met en évidence la chronologie d'apparition de chaque mécanisme d'endommagement détecté au cours des essais de fatigue. Ces résultats montrent que la fissuration de la matrice (classe A) est le mode d'endommagement le prédominant en fatigue, suivi par la décohésion interfaciale (classe B) avec une activité moins importante. Enfin, l'endommagement à l'échelle des fibres (classe C) présente l'activité acoustique la plus faible et apparaît plus tard dans l'essai et augmente légèrement juste avant la rupture totale de l'éprouvette.

#### 4.6. Comportement vibratoire des matériaux recyclés et non recyclés

Pour comprendre la contribution au comportement vibratoire de chaque composant matériel, des échantillons de la résine pure et des composites sont examinés. Les essais de vibration sont réalisés sur les échantillons de résine (Elium) et de composite (Lin/Elium) recyclés et non recyclés pour les cinq opérations de recyclage. L'effet du nombre d'opérations de recyclage sur le comportement vibratoire des matériaux étudié est exploité. L'épaisseur, la largeur et la longueur des éprouvettes sont respectivement de 2 mm, 30 mm et 300 mm. Différentes longueurs d'éprouvettes (170, 200, 230 et 260 mm) sont adoptées pour ces essais afin de faire varier la plage de fréquence de résonance de chaque matériau. Les différentes éprouvettes des différents matériaux ont été testées en configuration encastree/libre et selon le protocole présenté dans le chapitre 2 §2.3.4. Chaque essai a été répété plusieurs fois et les cinq meilleures acquisitions ont été retenues et moyennées pour tracer la fonction de réponses en fréquences (FRF) finale. Pour chaque éprouvette testée, la fonction FRF a été analysée au moyen d'une routine automatisée développée sous MATLAB. Dans un premier temps, les fréquences des modes de résonance ont été déterminées permettant d'évaluer le module de Young longitudinal à travers l'équation (2.11) (*chapitre 2 §2.3.4.2*). Dans un second temps, le facteur de perte de ces matériaux a été calculé par la méthode de la bande passante connue sous la dénomination de la méthode à



(-3 dB) donnée par l'équation (2.10) de la section 2.3.4.2. Cette méthode est couramment utilisée pour sa simplicité d'utilisation.

#### 4.6.1. Effet du recyclage sur le comportement vibratoire de la résine Elium

Sur la figure 4.20, est illustré, à titre d'exemple, le comportement de la résine Elium recyclée une seule fois ( $ER_1$ ), comparé à celui de deux résines non recyclées Elium et GreenPoxy56. Cette figure donne l'évolution du facteur de perte et du module de Young en fonction de la fréquence de vibration.

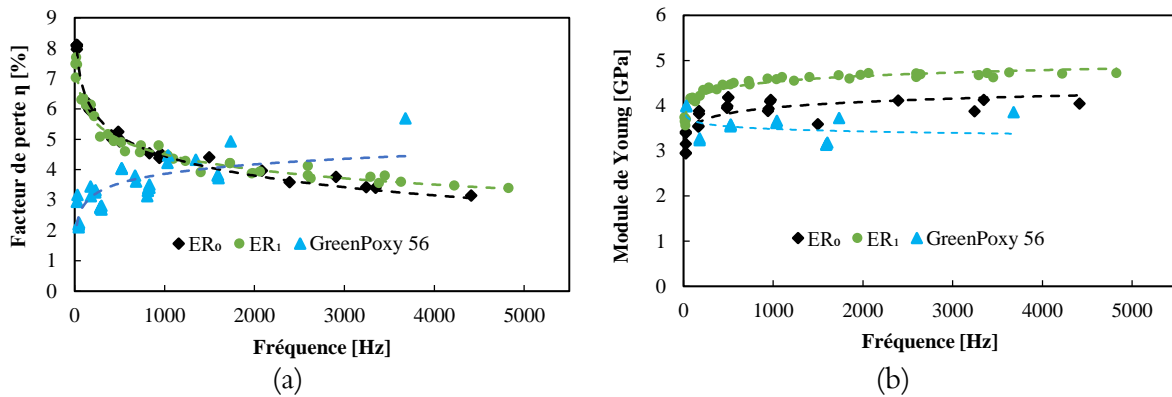


Figure 4.20. Comparaison des propriétés dynamiques de la résine Elium recyclée  $ER_1$ , non recyclée  $ER_0$  et la résine le GreenPoxy56 [41] : a) facteur de perte et b) Module d'Young

On remarque que le facteur de perte subit une diminution en fonction de fréquence (Fig 4.20.a). L'amortissement est initialement élevé, environ 8%, puis une chute rapide, entre 0 Hz et 1000 Hz, est observée. Ensuite, après 1000 Hz, le facteur de perte continue de diminuer légèrement jusqu'à une valeur quasi asymptotique d'environ 3,4%. La figure 4.20.b présente l'évolution du module d'Young en fonction de la fréquence. Une légère augmentation en fonction de la fréquence est remarquée. À faibles fréquences, la valeur mesurée est d'environ 3,4 GPa, cette valeur correspond à celle mesurée dans les essais statiques. En termes de comparaison avec la résine Elium non recyclée ( $ER_0$ ) et du GreenPoxy56 (56% biosourcé) étudiée par Monti et al. [166], les évolutions du module de Young en fonction de la fréquence sont similaires. Une légère augmentation du module de Young en fonction de la fréquence est constatée. On note que l'Elium recyclé  $ER_1$  présente une rigidité dynamique plus élevée que celle des deux résines non recyclées ( $ER_0$  et Green Epoxy).

Le facteur de perte des éprouvettes de la résine Elium ( $ER_0$  et  $ER_1$ ) montre une évolution inverse par rapport à celle de la résine Greenpoxy. Cette différence de propriété de facteur de perte est principalement expliquée par la microstructure différente entre ces deux polymères,

thermoplastique (Elium) et thermodurcissable (Greenpoxy 56). Dupuy et al. [57] ont montré que le facteur de perte des polymères est un phénomène totalement lié à leur microstructure. L'ordre d'arrangement et le coefficient de mobilité des chaînes moléculaires entre les résines thermoplastiques et thermodurcissables sont très différents. Cela a un effet très important sur les mécanismes intrinsèques de dissipation de l'énergie vibratoire.

L'effet de cinq opérations de recyclage sur le comportement vibratoire de la résine Elium est reporté sur la figure 4.21. Cette figure donne l'évolution du facteur de perte et du module de Young en fonction de la fréquence de vibration de la résine Elium à différents cycles de recyclage ( $ER_1$ ,  $ER_2$ ,  $ER_3$ ,  $ER_4$ ,  $ER_5$ ). Il est à noter que les valeurs du facteur de perte sont sensiblement similaires pour les cinq opérations de recyclage et en fonction de la fréquence (Fig 4.21.a). Les opérations de recyclage n'ont pas d'effet significatif sur les valeurs du facteur de perte en vibration. Alors, qu'une augmentation du module de Young en fonction de la fréquence et de nombre de recyclages (Fig 4.21.b) est observée. Les valeurs du module de Young à faibles fréquences et pour toutes les opérations de recyclage, correspondent à celles mesurées dans le cas des essais statiques. Dans le tableau 4.4, sont reportées les valeurs du module d'Young et les écarts type en GPa des huit premiers modes de vibration et pour les cinq opérations de recyclage.

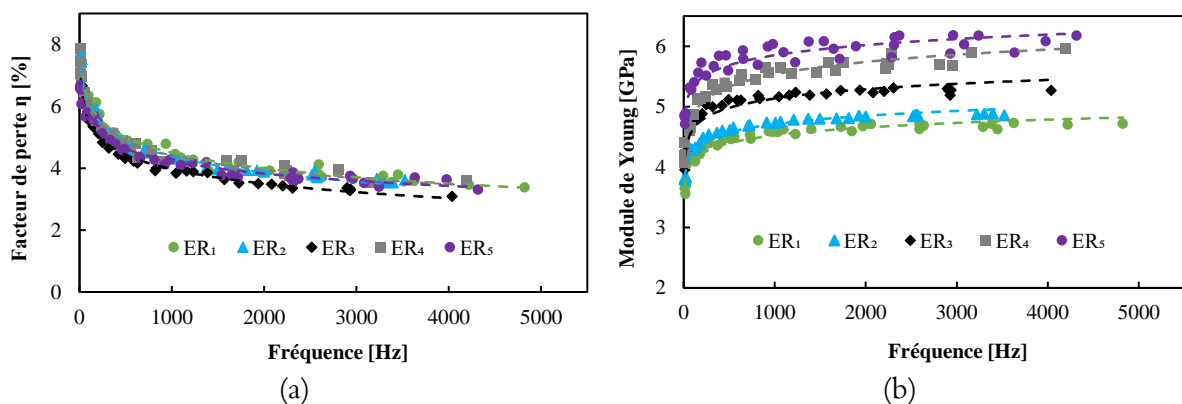


Figure 4.21. Effet de cinq opérations de recyclage sur les propriétés dynamiques de la résine Elium: a) facteur de perte et b) module d'Young

Il est à noter une augmentation de ces valeurs avec l'augmentation du mode propre du nombre cycles de recyclage. Cette augmentation est liée principalement à l'augmentation de la masse volumique du matériau et au taux de cristallinité causés par les conditions de recyclage répétitives.

**Tableau 4.4. Valeurs du module de Young en GPa des résines recyclées pour les huit premiers modes de vibration**

Matériaux	$ER_1^{\pm Ecart\ type}$	$ER_2^{\pm Ecart\ type}$	$ER_3^{\pm Ecart\ type}$	$ER_4^{\pm Ecart\ type}$	$ER_5^{\pm Ecart\ type}$
Mode 1	$3.73 \pm 0.31$	$3.80 \pm 0.22$	$3.95 \pm 0.23$	$4.19 \pm 0.26$	$4.85 \pm 0.41$
Mode 2	$4.16 \pm 0.18$	$4.30 \pm 0.10$	$4.77 \pm 0.15$	$4.60 \pm 0.14$	$5.31 \pm 0.21$
Mode 3	$4.34 \pm 0.23$	$4.49 \pm 0.12$	$5.03 \pm 0.21$	$5.12 \pm 0.22$	$5.72 \pm 0.23$
Mode 4	$4.45 \pm 0.26$	$4.60 \pm 0.16$	$5.11 \pm 0.26$	$5.27 \pm 0.26$	$5.84 \pm 0.16$
Mode 5	$4.54 \pm 0.17$	$4.68 \pm 0.14$	$5.18 \pm 0.16$	$5.42 \pm 0.14$	$5.93 \pm 0.27$
Mode 6	$4.62 \pm 0.23$	$4.75 \pm 0.11$	$5.23 \pm 0.14$	$5.57 \pm 0.18$	$6.03 \pm 0.23$
Mode 7	$4.71 \pm 0.22$	$4.80 \pm 0.19$	$5.27 \pm 0.21$	$5.59 \pm 0.24$	$6.07 \pm 0.21$
Mode 8	$4.68 \pm 0.21$	$4.83 \pm 0.18$	$5.31 \pm 0.28$	$5.73 \pm 0.26$	$6.1 \pm 0.29$

#### 4.6.2. Effet du recyclage sur le comportement vibratoire du composite lin/Elium

Dans un premier temps, le comportement vibratoire du composite lin/Elium recyclé une seule fois ( $CR_1$ ) est étudié. La variation de ses propriétés dynamiques en fonction de la fréquence est présentée sur la figure 4.22. Les résultats montrent une diminution du facteur de perte en fonction de la fréquence (Fig 4.22.a). Le facteur de perte est initialement élevé, est de l'ordre de 5,5% est inférieur de celui de la résine Elium (8%). Ensuite, ce facteur subit une diminution significative dans l'intervalle [0 Hz, 1000 Hz]. Au-delà de cet intervalle, le facteur de perte continue à diminuer légèrement jusqu'à une valeur quasi asymptotique d'environ 3%.

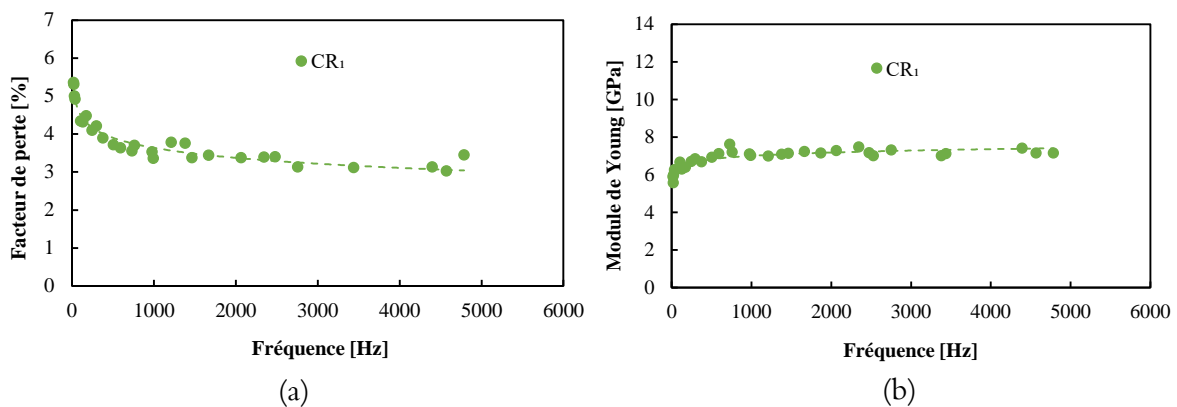


Figure 4.22. Propriétés dynamiques du composite recyclé une seule fois  $CR_1$ : a) facteur de perte et b) module de Young

Différentes hypothèses peuvent être présentées pour expliquer ce comportement. Tout d'abord, on peut remarquer que le composite recyclé  $CR_1$  présente un comportement viscoélastique très proche de celui de la résine recyclée  $ER_1$ . En effet, le comportement viscoélastique de la résine est prédominant à cause de la taille des fibres courtes ainsi que l'impossibilité de contrôler leur l'orientation. Au niveau de la matrice, une partie de l'énergie vibratoire est dissipée par des mécanismes de friction entre de longues chaînes de la résine. Au niveau du composite, des mécanismes de friction peuvent être présents et contribuent largement à la dissipation d'une certaine quantité d'énergie de vibration. Des frottements peuvent exister entre les interfaces des grains composites, et aussi au niveau des défauts tels que les microporosités. De plus, la faible qualité d'adhésion au niveau de l'interface grain/grain peut largement contribuer au comportement global du composite recyclé. L'évolution du module d'Young en fonction de la fréquence est représentée sur la figure 4.22.b. Elle est caractérisée par une légère croissance avec l'augmentation de la fréquence. À faibles fréquences, la valeur du module de Young est d'environ 5,4 GPa et correspond à celle mesurée en statique.

À titre d'illustration, les résultats obtenus dans le composite recyclé une seule fois ( $CR_1$ ) ont été comparés aux ceux obtenus dans le composite non recyclé ( $CR_0$ ) et dans un composite du type  $[+45/-45]_s$ . Cette étude comparative est présentée en figure 4.23. L'analyse des résultats montre que l'évolution du facteur de perte en fonction de la fréquence présente une similarité pour les trois matériaux testés (Fig 4.23.a). À faible fréquence, des valeurs élevées de facteur de perte sont observées. Ensuite, la valeur du facteur de perte subit une diminution rapide dans l'intervalle [0 Hz, 1000 Hz] et continue de diminuer légèrement jusqu'à stabilisation autour de 2% et 3%. Il faut noter aussi que le matériau  $CR_1$  (recyclé une seule fois) présente des valeurs de facteur de perte légèrement supérieures à ceux du matériau non recyclé et du stratifié croisé  $[+45/-45]_s$ . La figure 4.23.b présente une comparaison de l'évolution de module de Young entre les trois matériaux ( $CR_0$ ,  $CR_1$  et  $[+45/-45]_s$ ). Nous remarquons que le matériau recyclé une seule fois présente des valeurs de module de Young dynamiques comparables à celles du matériau non recyclé et sont supérieures à celles du stratifié croisé  $[+45/-45]_s$ . Ce résultat peut être expliqué par l'orientation aléatoire des fibres dans les deux matériaux  $CR_0$  et  $CR_1$ . En effet, l'orientation aléatoire des renforts offre à la structure une possibilité de coïncidence entre l'orientation des fibres et la direction de sollicitation en flexion des composites.

L'effet du nombre de cycles de recyclage sur le comportement dynamique du composite lin/Elium est reporté en figure 4.24. Cette figure compare les propriétés dynamiques des composites à plusieurs cycles de recyclage ( $CR_1$ ,  $CR_2$ ,  $CR_3$ ,  $CR_4$  et  $CR_5$ ).

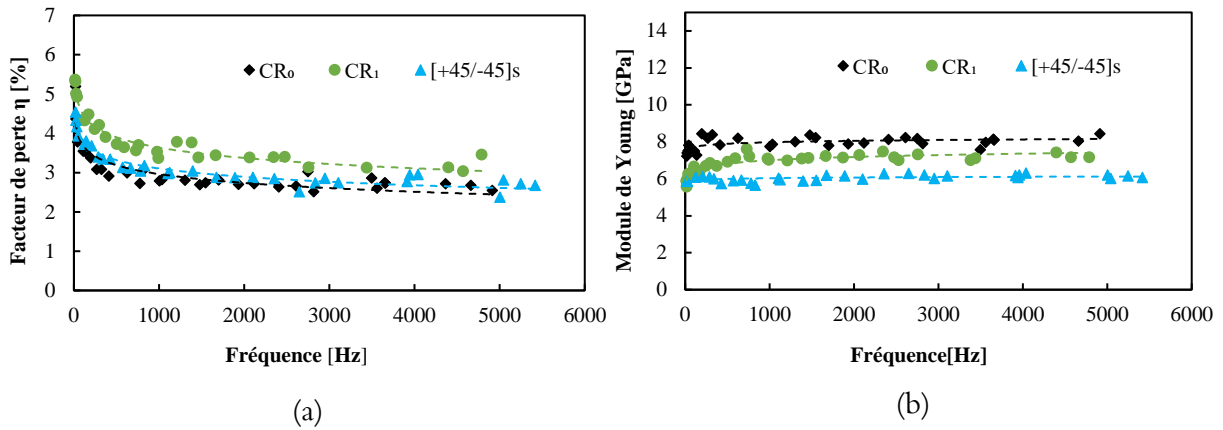


Figure 4.23. Comparaison des propriétés dynamiques du composite recyclé CR<sub>1</sub>, du composite non recyclé CR<sub>0</sub> et du composite croisé [+45/-45]<sub>s</sub>: a) facteur de perte et b) module de Young

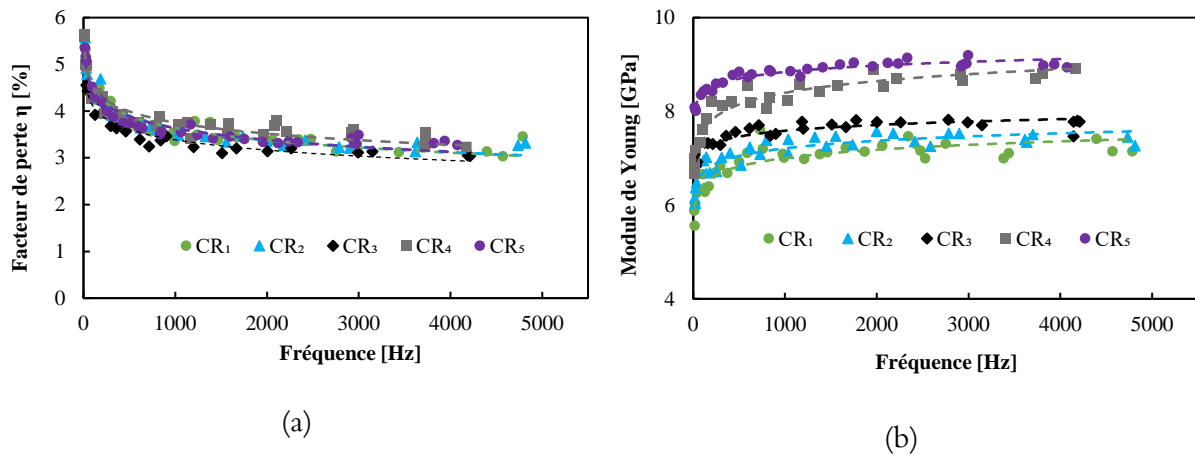


Figure 4. 24. Effet des cinq opérations de recyclage sur les propriétés dynamiques du composite lin/ Elium : a) facteur de perte et b) module de Young

Les résultats obtenus montrent un léger effet sur l'évolution de facteur de perte (Fig 4.24.a). Les valeurs de facteurs de perte semblent être similaires pour tous les matériaux recyclés. On note une diminution significative de la valeur de facteur de perte de 5,5% à 3,5% dans l'intervalle [0 Hz, 500 Hz]. Ensuite une diminution moins prononcée jusqu'à une valeur quasi-asymptotique d'environ 3%. La figure 4.24.b montre que le procédé de recyclage répétitif conduit à une augmentation significative du module de Young. Dans le tableau 4.5. sont reportées les valeurs du module dynamique pour les huit premiers modes de vibration des cinq composites recyclés. À faible fréquence, correspond au premier mode, il est à noter une augmentation d'environ +10%, 15%, 21% et 42% pour les composites recyclés CR<sub>2</sub>, CR<sub>3</sub>, CR<sub>4</sub>, CR<sub>5</sub> respectivement, par rapport au composite CR<sub>1</sub>. À fréquence plus élevée, par exemple pour huitième mode, le module de Young a augmenté d'environ +3%, +6%, +18% et +25% pour les composites recyclés CR<sub>2</sub>, CR<sub>3</sub>, CR<sub>4</sub>, CR<sub>5</sub> respectivement, par rapport au composite CR<sub>1</sub>.

**Tableau 4. 5- Valeurs du module de Young en GPa des composites recyclés pour les huit premiers modes de vibration**

Matériaux	$CR_1^{\pm Ecart\ type}$	$CR_2^{\pm Ecart\ type}$	$CR_3^{\pm Ecart\ type}$	$CR_4^{\pm Ecart\ type}$	$CR_5^{\pm Ecart\ type}$
Mode 1	$5.88 \pm 0.61$	$6.5 \pm 0.44$	$6.8 \pm 0.51$	$7.1 \pm 0.43$	$8.35 \pm 0.33$
Mode 2	$6.66 \pm 0.51$	$6.95 \pm 0.36$	$7.32 \pm 0.47$	$7.61 \pm 0.22$	$8.58 \pm 0.28$
Mode 3	$6.84 \pm 0.36$	$7.01 \pm 0.26$	$7.56 \pm 0.22$	$8.11 \pm 0.48$	$8.84 \pm 0.4$
Mode 4	$7.11 \pm 0.44$	$7.23 \pm 0.28$	$7.52 \pm 0.34$	$8.19 \pm 0.33$	$8.87 \pm 0.38$
Mode 5	$7.09 \pm 0.26$	$7.4 \pm 0.39$	$7.71 \pm 0.31$	$8.23 \pm 0.54$	$8.9 \pm 0.27$
Mode 6	$7.12 \pm 0.22$	$7.47 \pm 0.32$	$7.76 \pm 0.25$	$8.55 \pm 0.57$	$9.04 \pm 0.24$
Mode 7	$7.27 \pm 0.28$	$7.53 \pm 0.36$	$7.7 \pm 0.28$	$8.7 \pm 0.68$	$9.1 \pm 0.23$
Mode 8	$7.31 \pm 0.36$	$7.52 \pm 0.4$	$7.78 \pm 0.5$	$8.66 \pm 0.68$	$9.11 \pm 0.38$

#### 4.7. Analyse par éléments finis du comportement vibratoire des composites recyclés

Les propriétés élastiques et dissipatives des matériaux composites dépendent, généralement de la nature des constituants, la fréquence, de l'amplitude, du type de l'excitation,...etc. Le besoin de modèles d'amortissement capables de présenter la réalité physique des propriétés dynamiques a motivé de nombreuses études plus au moins complexes [202, 203]. Dans le cadre de cette étude, nous avons été amenés à considérer une analyse par éléments finis permettant de mieux prendre en compte le comportement réel des éprouvettes notamment l'effet du recyclage lors des vibrations. La participation à l'amortissement des diverses énergies dissipées dépend des énergies de déformation emmagasinées dans les composites ainsi que de leurs coefficients d'amortissement. L'objectif de la présente étude est d'appliquer la modélisation développée à l'analyse de la contribution à l'amortissement des différentes énergies dissipées suivant les différentes directions en fonction de la fréquence de vibration. Elle utilise la modélisation développée dans le *chapitre 2 §2.3.4.3* à l'analyse de l'amortissement des matériaux composites recyclés et non recyclés, dans le cas des vibrations en flexion de poutres encastées/libres analysées expérimentalement au début de ce chapitre. Elle permet de déterminer les paramètres dynamiques (modules et amortissements) des matériaux en fonction de la fréquence et du nombre de cycles de recyclage.

L'application de cette modélisation permet de déterminer les fréquences propres, les tenseurs de déformations et de contraintes pour chaque mode de vibration en flexion. Ensuite, le facteur de perte global des composites est déterminé à partir l'énergie de déformation et de l'énergie dissipée. A titre d'illustration, la figure 4.25. donne les déformées modales obtenues par

l'analyse par éléments finis pour les six premiers modes de vibration en flexion du composite non recyclé. Ainsi, la fréquence de résonance de chaque mode peut être déterminée numériquement et comparé celle obtenue expérimentalement pour chaque mode de vibration en flexion et pour l'ensemble des matériaux.

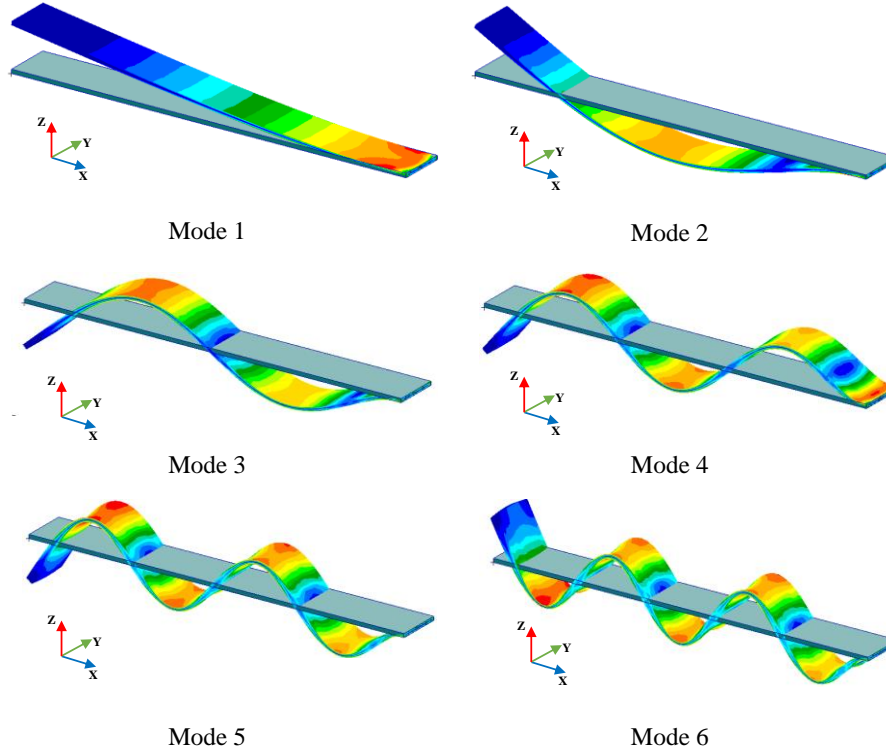


Figure 4. 25. Déformées modales des 6 premiers modes propres du composite non recyclé

Ensuite, le facteur de perte est calculé par le rapport de l'énergie dissipée totale ( $\Delta U_d$ ) et l'énergie de déformation totale ( $U$ ). Elles sont rappelées ci dessous:

$$\Psi_i = \frac{\Delta U_d}{U} = 2\pi\eta_i \quad (2-20)$$

avec

$$\Delta U_d = \sum_{elements,e} \Delta U_d^e = \Delta U_{dxx} + \Delta U_{dyy} + \Delta U_{dzz} + \Delta U_{dxy} + \Delta U_{dyz} + \Delta U_{dzz} \quad (2-21)$$

$$U = U_{xx} + U_{yy} + U_{zz} + U_{xy} + U_{yz} + U_{zx} \quad (2-22)$$

La participation des variations relatives des énergies de déformation  $U_{ij}$  ( $i,j = x, y, z$ ) dans le composite est illustrée dans la figure 4.26. Sur cette figure est reportée l'évolution des énergies élastiques suivant les différentes directions en fonction de la fréquence dans le composite recyclé

CR<sub>1</sub>. L'analyse de ces résultats montre que, pour tous les modes de vibration, l'énergie élastique suivant la direction  $x$  ( $U_{xx}$ ) est la plus importante. L'énergie de déformation et l'énergie dissipée en traction et compression suivant la direction  $x$  sont donc les principales énergies qui contribuent à l'amortissement du matériau composite. Par conséquent, il serait possible de ne considérer que l'énergie emmagasinée ( $U_{xx}$ ) et l'énergie dissipée ( $\Delta U_{xx}$ ) suivant la direction longitudinale dans l'ensemble des matériaux pour le calcul du facteur de perte.

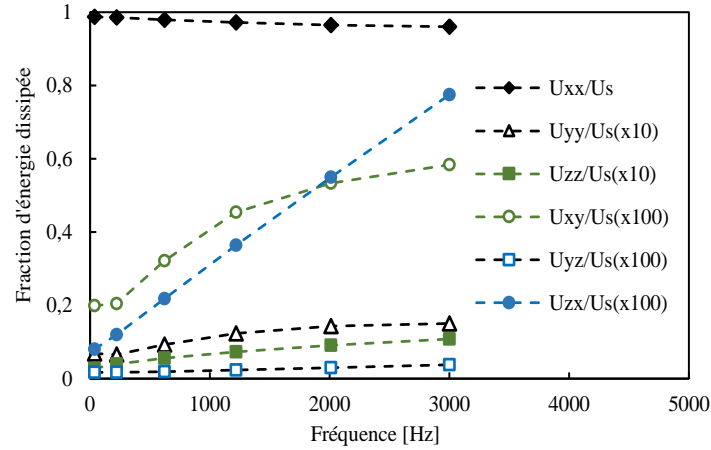


Figure 4.26. Évolution de la fraction de l'énergie élastique dans les différentes directions du composite CR<sub>1</sub>

Dans ce cas, l'énergie de déformation totale  $U$  emmagasinée dans le matériau recyclé et non recyclé est calculée par :

$$U \approx U_{xx} = \sum_{elements,e} U_{xx}^e \quad (2-17)$$

Avec  $e$  est un élément fini de la structure

Ensuite, l'énergie dissipée est calculée à partir des résultats précédents. La quantité globale d'énergie dissipée est définie en fonction des énergies de déformation des éléments finis  $e$  et du facteur de perte spécifique ( $\Psi_{xx}$ ) par :

$$\Delta U_d^e = \Psi_{xx} U_{xx}^e \quad (2-18)$$

La quantité d'énergie dissipée totale  $\Delta U_d$  est calculée en additionnant les énergies dissipées de tous les éléments  $e$ . Elle est définie par l'équation :

$$\Delta U_d = \sum_{elements,e} \Delta U_d^e \quad (2-19)$$

Dans la figure 4.27. sont reportés les résultats expérimentaux et numériques de la variation du facteur de perte en fonction de la fréquence pour les différents matériaux composites recyclés.



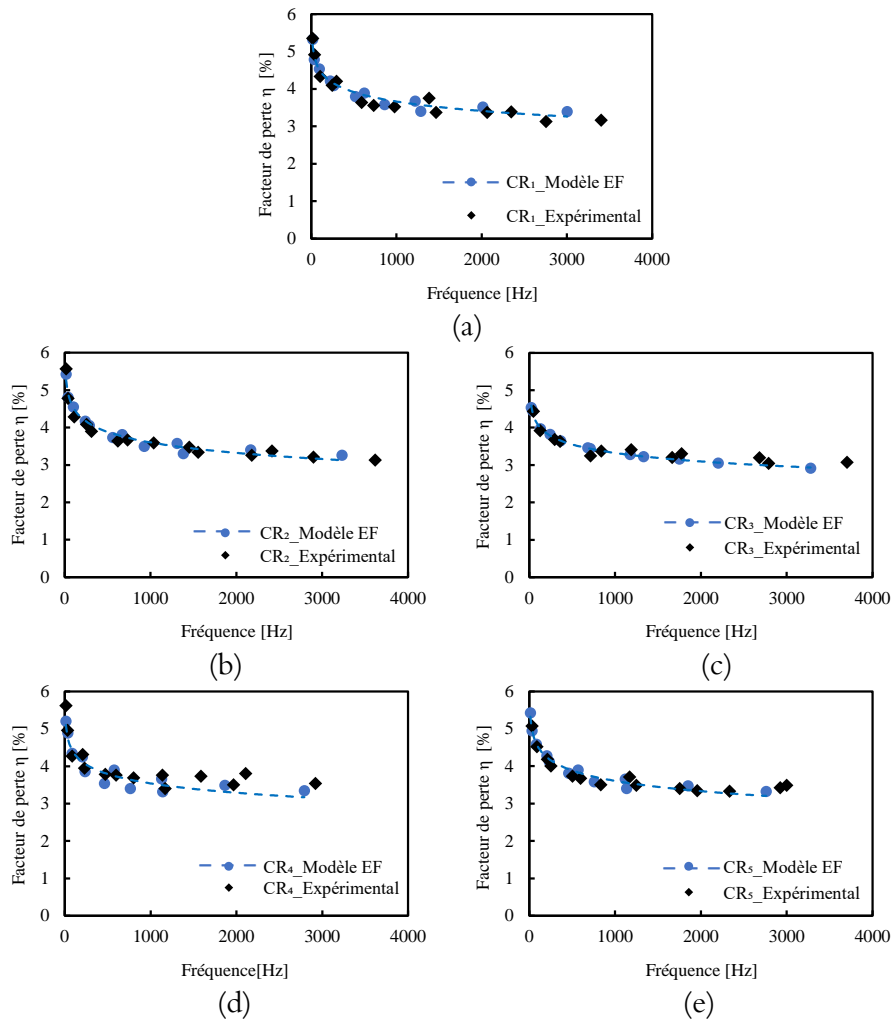


Figure 4.27. Évolution du facteur de perte en fonction de la fréquence des composites recyclés, comparaison entre valeurs expérimentales et numériques : a)  $CR_1$ , b)  $CR_2$ , c)  $CR_3$ , d)  $CR_4$  et e)  $CR_5$

Pour chaque matériau, les résultats montrent que les propriétés d'amortissement diminuent avec l'augmentation de la fréquence jusqu'à atteindre une valeur quasi asymptotique d'environ 3%. Une corrélation étroite est obtenue entre la simulation numérique et les données expérimentales. Afin de mieux analyser l'effet du recyclage sur les valeurs des facteurs de perte des matériaux recyclés, une comparaison EF entre les quatre premiers modes de vibration a été réalisée. La variation des facteurs de perte en fonction du nombre de recyclages pour les quatre modes propres a été rapportée en comparant les résultats expérimentaux et numériques pour un échantillon de longueur 250 mm. Les résultats sont donnés sur la figure 4.28. Pour tous les matériaux recyclés, une corrélation étroite entre les résultats numériques et les valeurs expérimentales est observée. Pour les différentes fréquences propres, les résultats montrent que le procédé de recyclage n'a pas d'effet significatif sur les propriétés d'amortissement. En effet, l'amortissement du composite est contrôlé par celui de la résine Elium.

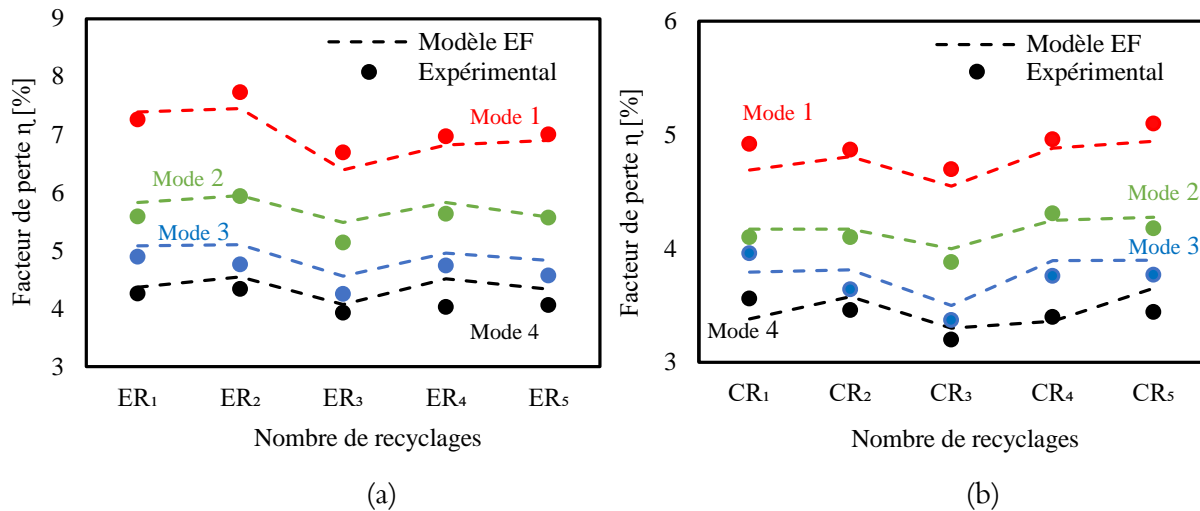


Figure 4.28. Variation du facteur de perte en fonction du nombre de cycles de recyclage pour les premiers modes de vibration. Comparaison entre résultats expérimentaux et modélisation : a) résine Elium et b) composite lin/Elium

#### 4.8. Discussions

Afin d'étudier l'effet des opérations de recyclage sur le comportement mécanique et l'évolution des mécanismes d'endommagement, des essais de traction statique et de fatigue associés à un suivi par émission acoustique ainsi que des essais de vibration ont été réalisés sur les matériaux recyclés et non recyclés.

En statique, une augmentation du module de Young en fonction du nombre de cycles de recyclage est remarquée (jusqu'à 7 GPa pour le composite et jusqu'à 5 GPa pour la résine Elium). Ce résultat est en corrélation étroite avec l'augmentation de la masse volumique due aux opérations de recyclage (Fig 4.5. et Fig 4.8.). Cependant, la contrainte et la déformation à la rupture diminuent avec les opérations de recyclage. En fatigue, les résultats sont illustrés par les courbes de l'évolution de la rigidité ( $F_{max}/F_{0max}$ ) en fonction du nombre de cycles. Deux critères de fin de vie  $N_{20}$  et  $N_r$  sont déterminés pour caractériser les performances en fatigue des matériaux recyclés (Tab 4.3.). De plus, les valeurs du coefficient d'amortissement en fonction du nombre de cycles de fatigue sont calculées. Les résultats des essais de fatigue montrent une réduction de la durée de vie avec l'augmentation du nombre d'opérations de recyclage. Par ailleurs, le facteur de perte présente une évolution similaire pour tous les matériaux recyclés. En général, l'amortissement augmente avec l'augmentation du nombre de cycles de fatigue et le nombre de cycles d'opérations de recyclage en raison de la dégradation de la matrice et des fibres.

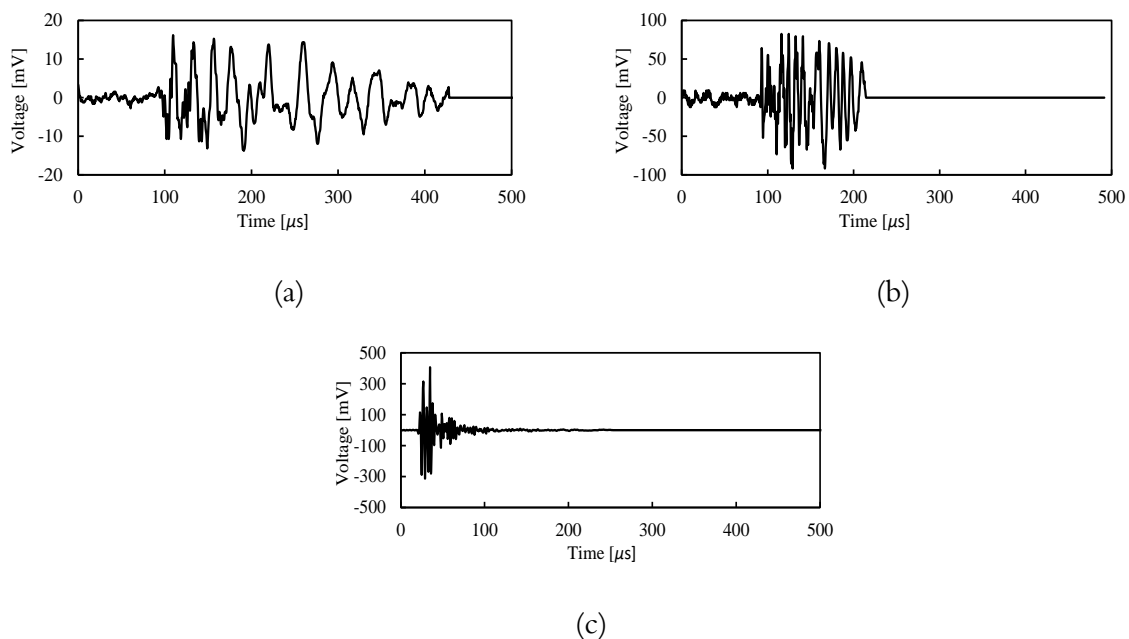
Pour expliquer le comportement du composite lin/Elium en fonction du nombre de cycles de recyclage, plusieurs hypothèses peuvent être proposées. Tout d'abord, la réduction des propriétés

de défaillance peut être expliquée par les conditions du procédé de recyclage. En effet, l'étape de découpe multiple des déchets composites en petits grains réduit la longueur des fibres et entraîne par conséquent une perte de performances mécaniques. De plus, la résine Elium, qui représente plus de 65% de la fraction volumique totale, contribue largement à la réponse globale du composite. En effet, les opérations répétitives de recyclage peuvent causer la rupture de la chaîne polymère et la détérioration de l'interface fibre/matrice ce qui affecte fortement les performances du composite.

Concernant l'augmentation du module de Young en essai statique, la principale raison de ce comportement est probablement liée à l'élévation du degré de cristallinité de la résine Elium en fonction des opérations de recyclage. Aurrekoetxea et al. [159] ont étudié l'effet du recyclage sur la microstructure et les propriétés mécaniques d'un polypropylène semi-cristallin iso-tactique. Ils ont observé les mêmes résultats : une augmentation du module d'élasticité et une diminution des propriétés de rupture avec le retraitement. Ils expliquent l'augmentation de la rigidité par la haute cristallinité du polypropylène PP recyclé. En effet, la scission des chaînes polymères entraîne une augmentation du degré de cristallinité et par conséquent induit une augmentation de la rigidité. La structure cristalline empêche la rotation des branches de la chaîne induisant alors une augmentation du module d'élasticité, et réduisant la flexibilité. Aussi, les auteurs justifient l'amélioration de la rigidité par une augmentation de l'indice de fluidité à chaud (*melt flow index MFI*). C'est une mesure physique importante liée indirectement aux propriétés mécaniques des matériaux. La montée en MFI provoque une augmentation de la mobilité de la chaîne ainsi que sa tendance à se replier, permettant la formation directe d'une phase cristalline et par conséquent un taux de cristallinité plus élevé [204]. Da Costa et al. [205,206] ont étudié l'effet de l'extrusion multiple sur les propriétés rhéologiques et mécaniques du polypropylène (PP) retraité. Ils montrent aussi que l'indice de fluidité à chaud (*MFI*) et le taux de cristallinité augmentent avec le retraitement. Concernant la diminution de la résistance et de l'allongement à la rupture avec des traitements répétés, Aurrekoetxea et al. [159] ont justifié ce résultat par la diminution du poids moléculaire qui se traduit par moins de chaînes complètement intégrées dans le cristal. Ces chaînes ont pour rôle de supporter la contrainte pendant la charge de traction.

Dans cette thèse, la technique d'émission acoustique (EA) est utilisée pour identifier et caractériser les mécanismes d'endommagement dans les composites recyclés. Les signaux d'EA détectés lors des essais de traction statique et de fatigue sont traités avec le logiciel Noesis [173]. L'algorithme des *K*-moyennes basé sur cinq paramètres temporels est appliqué. De plus, les profils de défaillance sont observés et analysés à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) afin d'associer les événements acoustiques détectés à leurs causes physiques d'apparition. En ce

qui concerne les observations microscopiques (Fig 4.10.) et les résultats de classification (Fig 4.12. et Fig 4.19.), trois mécanismes d'endommagement sont observés dans les composites CR<sub>0</sub>, CR<sub>1</sub>, CR<sub>2</sub> alors que seulement deux classes sont identifiées dans les composites CR<sub>3</sub>, CR<sub>4</sub>, CR<sub>5</sub>. Les endommagements observés sont la microfissuration de la matrice « classe A », la décohésion d'interface « classe B » et les endommagements à l'échelle de la fibre « classe C » (fibres arrachées, fibres pelées et déchirées, fibres cassées). La troisième classe regroupe les défauts causés par une seule fibre ainsi que par un faisceau de fibres. Les formes d'ondes typiques de chaque mécanisme d'endommagement observé sont données sur la Fig 4.29. Les ondes acoustiques induites par la classe A (fissuration matricielle) sont caractérisées par des formes d'ondes avec un temps de montée lent, une faible amplitude et une faible énergie. Les signaux de la classe B (décohésion d'interface) présentent une amplitude plus élevée, une énergie plus élevée et un temps de montée plus élevés, mais une durée plus courte. Les événements de la classe C (endommagement de la fibre) présentent la plus grande amplitude, un temps de montée court, une durée courte et une énergie supérieure à celle des classes A et B. Par conséquent, nous pouvons confirmer que les propriétés des formes d'ondes de chaque mécanisme d'endommagement (Fig 4.29.) sont caractérisées par les propriétés des descripteurs donnés sur la figure 4.13.



**Figure 4.29. Formes d'ondes typiques de chaque mécanisme d'endommagement : a) Classe A : fissuration matricielle, b) Classe B : décohésion interfaciale et c) Classe C : endommagements des fibres.**

Pour étudier l'effet du recyclage sur le comportement dynamique des matériaux recyclés, des essais de vibration sont réalisés. Les résultats montrent un comportement similaire des matériaux recyclés une seule fois ER<sub>1</sub> (résine) et CR<sub>1</sub> (composite) (Fig 4.20. et Fig 4.23.). En

termes de valeurs, on peut remarquer que les valeurs du module de Young dynamique dans le cas du composite recyclé sont supérieures à celles de la résine recyclée. En revanche, ces deux matériaux ont des valeurs de facteur de perte très proches. On peut conclure que la propriété d'amortissement est principalement assurée par la matrice. En effet, on constate que les fibres de lin n'ont aucun ou peu d'effet sur le facteur de perte à cause des opérations de recyclage qui diminuent la taille des fibres.

L'effet du recyclage répétitif sur les propriétés dynamiques de la résine Elium et du composite lin/Elium est également a été étudié expérimentalement pour cinq opérations de recyclage. Cette étude expérimentale a été associée à une analyse numérique basée sur un calcul de structures par éléments finis. Les résultats expérimentaux montrent un effet négligeable du procédé de recyclage sur les valeurs de facteurs de perte, bien qu'il soit observable que la rigidité dynamique qui croit avec l'augmentation des opérations de recyclage (Fig 4.21. et Fig 4.24.). Il est à noter aussi que les résultats déduits de l'analyse numérique concordent avec ceux mesurés expérimentalement. La modélisation ainsi développée, faisant appel à un calcul de structures par éléments finis, décrit correctement la variation de facteur de perte en fonction de la fréquence dans des matériaux recyclés. Et pourra être utilisé dans le cas d'une étude paramétrique ou dans le cas de structures à géométries complexes.

#### **4.9. Conclusion**

Dans ce chapitre, l'effet du nombre de cycles de recyclage sur les propriétés statiques et dynamiques du composite thermoplastique renforcé de fibres de lin est étudié. La matrice utilisée dans ce travail est la résine Elium. Théoriquement, cette résine thermoplastique peut être refondue et recyclée en fin de vie. Le présent travail a pour but de montrer expérimentalement la recyclabilité de cette résine ainsi que les composites utilisant ce liant et renforcés par des fibres de lin. Le composite de référence (non recyclé) a été produit par le procédé d'infusion de résine liquide (LRI). Ce composite est constitué de fibres courtes de lin disposées, d'une façon aléatoire, dans la résine Elium. La méthode de recyclage utilisée dans cette étude est basée sur un procédé de thermocompression. Cinq opérations de recyclage ont été appliquées sur les déchets de la résine seule et les déchets du composite lin/Elium. Des essais de traction statiques et dynamiques sont effectués sur les matériaux d'études afin d'évaluer leurs propriétés mécaniques et leur évolution en fonction du nombre d'opérations de recyclage. De plus, la technique d'émission acoustique est associée au suivi des essais de traction afin d'identifier et caractériser les différents mécanismes d'endommagements. Des analyses microscopiques par microscope à balayage électronique (MEB) sont effectuées permettant d'identifier et associer les différentes classes

acoustiques à leurs sources physiques d'apparition. En outre, un modèle d'éléments finis du problème dynamique, utilisant le logiciel MSC Nastran, est développé. Les facteurs de pertes sont calculés au moyen d'une approche énergétique. Les résultats expérimentaux et numériques présentent une corrélation étroite.

En statique, une augmentation du module élastique est remarquée. Cependant, une détérioration des propriétés à la rupture est observée. L'amélioration du module de Young par le procédé de recyclage est expliquée par une augmentation du taux de cristallinité de la résine. La diminution de la contrainte et de la déformation à la rupture est attribuée aux conditions de découpage de déchets qui se traduisent par une réduction de la taille des fibres, la rupture de la chaîne polymère et la détérioration de l'interface fibre/matrice.

En fatigue, les résultats montrent une réduction de la durée de vie en fonction des opérations de recyclage. L'évolution du facteur d'amortissement des composites recyclés montre des valeurs quasi-stable pendant les premiers cycles de fatigue. Pour les cycles élevés, une augmentation drastique de ce facteur a été observée. Cette évolution s'explique par l'apparition et la multiplication des mécanismes d'endommagements pour les cycles de fatigue élevés ce qui augmente le facteur d'amortissement.

Les résultats d'émission acoustique montrent trois mécanismes d'endommagement dans les échantillons de CR<sub>0</sub>, CR<sub>1</sub>, CR<sub>2</sub> alors que deux classes seulement sont observés pour les matériaux CR<sub>3</sub>, CR<sub>4</sub>, CR<sub>5</sub>. Les mécanismes d'endommagement observés au MEB et associés aux signaux d'EA collectés sont la microfissuration matricielle « classe A », la décohésion interfacial « classe B » et l'endommagement des fibres « classe C » (fibres arrachées, pelées et fibres déchirées, fibres cassées).

Les propriétés dynamiques déduites des essais de vibration montrent une augmentation de la rigidité dynamique en fonction du nombre de cycles de recyclage. Cependant, les opérations de recyclage semblent avoir un effet négligeable sur le facteur de perte. L'élévation du module de Young dynamique peut également s'expliquer par l'augmentation de la densité ainsi que le degré de cristallinité de la résine Elium. Les composites obtenus après recyclage ont des propriétés dynamiques comparables à celles du composite non recyclé CR<sub>0</sub> ainsi que les stratifiés à couches croisées [+ 45/-45]<sub>s</sub>.

En conclusion, ces matériaux recyclés peuvent convenir à des applications dans lesquelles une rigidité importante et une épaisseur importante sont requises. Les composites à base de lin/Elium recyclés sont des matériaux très prometteurs pour remplacer les composites bois/plastique à base de polymères (WPC wood plastic composite) pour plusieurs applications.

Parmi ces applications, on cite par exemple, la réalisation de planchers de terrasses, les meubles de jardin, de plages, de piscines, de pontons et autres aménagements extérieurs durables, pour l'habillage ou l'isolation de façades ou la création de mobiliers urbains et de mobiliers intérieurs. De plus, nous suggérons les composites lin/Elium recyclés dans des applications d'ingénierie du son qui mettent au point des enceintes ayant des membranes en composite thermoplastique de lin. La faible densité de ce composite permet d'accélérer l'onde sonore et donc d'améliorer la qualité du son.

# CONCLUSIONS GÉNÉRALES ET PERSPECTIVES

Dans cette partie de la thèse, nous proposons d'établir un bilan d'étude à travers un examen de ses points forts et de ses points faibles tout en précisant les perspectives de recherches futures visant à l'améliorer et à le prolonger.

La présente thèse porte sur la réalisation et la caractérisation mécanique d'un composite recyclable renforcé de fibres naturelles et incorporant des capteurs piézoélectriques. L'intégration des capteurs au sein des composites donne la possibilité de développer ainsi des structures biosourcés intelligentes pour l'utilisation et la surveillance de l'état de santé des structures (SHM). La problématique rencontrée est, particulièrement, le procédé délicat de leur mise en œuvre qui peut engendrer des discontinuités et des défauts. En présence d'une sollicitation mécanique, ces discontinuités contribuent largement à l'initiation de l'endommagement et à la dégradation des propriétés mécaniques de l'élément structural. Le premier objectif du travail est donc l'étude de l'effet de la technique de l'implant piézoélectrique sur les biocomposites. La compréhension du comportement mécanique global s'appuie sur des essais en statique, en fatigue ainsi qu'en vibration. Un intérêt particulier est porté aussi à l'étude et à l'identification des mécanismes d'endommagement par la technique d'Emission Acoustique (EA) des composites avec et sans capteurs intégrés. Le deuxième objectif de cette thèse est de développer une méthodologie expérimentale permettant d'augmenter la durée de vie des constituants du composite. La résine, le composite ainsi que les capteurs piézoélectriques sont étudiés en termes d'une valorisation de matière en fin de cycle de vie.

Nous commençons par le choix des constituants du biocomposite intelligent ainsi que le procédé de sa mise en œuvre en se basant sur une analyse bibliographique. Le choix est porté sur la réalisation d'un composite à base d'une résine thermoplastique innovante «Elium» renforcée par des fibres de lin. Ce composite est un matériau partiellement biosourcé mais théoriquement recyclable grâce à la matrice choisie. Pour la surveillance de l'état de santé de ce composite, le capteur piézoélectrique retenu est de type PIC255 et il est incorporé au sein du composite lors de sa fabrication. Le procédé d'infusion de résine liquide (LRI) est utilisé pour la fabrication de



cette structure biosourcée et intelligente. Nous présentons aussi, dans la première partie de cette étude, le procédé permettant la séparation des implants piézoélectriques du biocomposite en fin de cycle de vie. Cela permet d'augmenter la durée de vie des capteurs intégrés en vue d'une réutilisation. Le procédé de recyclage utilisé pour la valorisation des déchets de production de la résine Elium ainsi que le composite lin/Elium est aussi développé dans cette partie. Finalement, nous présentons les protocoles expérimentaux et les différentes méthodes d'analyses effectuées dans cette étude. Des essais de traction (statique, fatigue) et des essais de vibration sont réalisés pour étudier tout d'abord l'effet de l'intégration du capteur piézoélectrique au sein du biocomposites et aussi pour la compréhension de l'effet du recyclage sur les constituants du composite étudié. La technique d'Emission Acoustique (EA) est associée aux essais de traction pour identifier, quantifier et qualifier les mécanismes d'endommagement dans les matériaux d'études. En outre, un modèle d'éléments finis du problème dynamique utilisant le logiciel MSC Nastran et une méthode d'analyse basée sur une approche énergétique est développée.

Dans un premier temps, nous avons proposé une étude approfondie sur l'effet de l'intégration et des dimensions des capteurs sur les propriétés mécaniques du composite. Les résultats des essais de traction en statique et en fatigue montrent une dégradation des propriétés mécaniques dans le cas d'intégration du grand capteur (diamètre 10 mm et épaisseur 1 mm). Cette réduction est due aux défauts et aux discontinuités créés par la présence du grand capteur au sein du matériau ce qui crée des singularités et donc des concentrations de contraintes dans les éprouvettes. Par contre, une légère dégradation des propriétés mécaniques est observée dans les éprouvettes incorporant le petit capteur (diamètre 5 mm et épaisseur 0,5 mm). En conséquence, seules les éprouvettes sans capteur et les éprouvettes avec petits capteurs intégrés sont étudiées en essais traction statique et fatigue suivis d'EA et en essais de vibration. Les principaux mécanismes d'endommagement ont été discriminés au moyen d'une classification multiparamétrique des signaux d'EA couplée à des observations micrographiques. Quatre classes de signaux acoustiques ont été identifiées dans le cas des deux matériaux (avec capteur intégré et capteur collé) et sont attribuées à la fissuration matricielle, la décohésion fibres/matrice, le déchaussement des fibres ainsi que la rupture des fibres. L'intégration du capteur piézoélectrique montre des bons résultats concernant la détection et la séparation des classes. Ce constat montre que la méthode de contrôle de santé intégré par EA réalisée sur les composites biosourcés présente une excellente alternative à la technique d'EA conventionnelle (capteur collé à la surface). L'avantage majeur de la méthode d'EA intégrée est, en plus du contrôle de l'état de santé en temps réel des structures, la protection des matériaux fonctionnels de toutes sources ou les agressions extérieures.

Les constituants choisis ont permis aussi de développer une méthode de récupération (recyclage) des capteurs intégrés en fin de cycle de vie. Les capteurs ainsi récupérés ont été incorporés une deuxième fois dans d'autres composites lin/Elium. Les résultats obtenus montrent la capacité des capteurs à détecter, lors d'une deuxième utilisation, les mêmes mécanismes d'endommagement que ceux détectés au cours de sa première utilisation.

Dans un deuxième temps, nous avons proposé d'analyser l'effet du procédé de recyclage sur les performances mécaniques du composite lin/Elium. Théoriquement, les caractéristiques physico-chimiques permettent à la résine « Elium » d'être refondue et recyclée en fin de cycle de vie. La présente thèse montre expérimentalement la recyclabilité de cette résine ainsi que de ces composites. Le procédé de recyclage est basé sur la technique de thermocompression. Ce procédé permet d'obtenir des pièces recyclées par compression des matériaux entre deux plateaux chauffants dont les températures et les pressions ont été optimisées. Après ces études, cinq opérations de recyclage sont appliquées sur les déchets de la résine seule et du composite lin/Elium. Les résultats d'essais de traction en statique et en fatigue montrent une augmentation du module de Young et une diminution des propriétés à la rupture (résistance et déformation) ainsi qu'une réduction de la durée de vie en fonction des opérations de recyclage. L'amélioration des propriétés élastiques s'explique par une augmentation de la masse volumique et du taux de cristallinité de la résine. La diminution des propriétés à la rupture et de la durée de vie en fatigue est attribuée au processus de recyclage entraînant une réduction de la taille des fibres et une rupture de la chaîne polymère de la résine. Ces essais ont aussi été suivis par la technique d'Emission Acoustique (EA) couplée aux observations micrographiques (MEB). Cette analyse a permis ainsi de classifier les différents signaux d'EA et de les associer aux mécanismes d'endommagement observés dans les composites recyclés.

Finalement, l'évolution des propriétés en vibration est aussi discutée. Les résultats montrent une augmentation de la rigidité dynamique en fonction du nombre d'opérations de recyclage. Néanmoins, ces opérations semblent n'avoir aucun effet sur le facteur de perte. L'augmentation du module d'Young dynamique peut s'expliquer par l'augmentation de la masse volumique du matériau en fonction du nombre de recyclage. Enfin, un modèle éléments finis du problème dynamique est aussi développé. Les amortissements modaux sont calculés au moyen d'une approche énergétique. Les résultats obtenus par éléments finis sont alors comparés aux résultats expérimentaux et sont en bon accord.

Les composites lin/Elium recyclés sont des matériaux très prometteurs et peuvent convenir à des applications dans lesquelles une rigidité significative et une épaisseur importante sont

requis. Ils peuvent remplacer les composites bois/plastique à base de polymères dans plusieurs applications non structurelles. Ces composites peuvent être ainsi utilisés pour la réalisation de terrasses de plages de piscines, pontons et autres aménagements extérieurs durables, pour l'habillage ou l'isolation de façades ou la création de mobiliers urbains et de mobiliers intérieurs. De plus, nous suggérons l'utilisation des composites lin/Elium dans des applications d'ingénierie du son qui mettent au point des enceintes ayant des membranes en composite thermoplastique à fibres de lin. La faible densité de ce composite permet d'accélérer l'onde sonore et donc d'améliorer la qualité du son.

En perspective, il serait aussi intéressant d'explorer d'autres voies complémentaires, comme par exemple :

- ✓ Etudier le comportement à l'impact des matériaux recyclés.
- ✓ Etudier différents procédés de recyclage sur les déchets de composite lin/Elium tels que les procédés de solvolysse et d'injection...etc.
- ✓ Contrôler le comportement vibratoire des matériaux par des capteurs piézoélectriques attachés et/ou intégrés.
- ✓ Utiliser la technique de classification supervisée des signaux d'EA pour le suivi en temps réel des différents mécanismes d'endommagement.
- ✓ Développer un modèle numérique prédictif du comportement des matériaux recyclés.
- ✓ Etc...

**L'auteur espère que le présent travail fournira une analyse et une base de données expérimentales permettant la compréhension de la nature complexe des composites biosourcés instrumentés et recyclable.**

# BIBLIOGRAPHIE

- 
- [1] Brzezinski, Z., Sullivan, P. International Air Transport Association (IATA). *The Statesman's Yearbook 2008: The Politics, Cultures and Economies of the World*, 48, 2017.
- [2] Berthelot, J. M. Matériaux composites : comportement mécanique et analyse des structures. Editions Tec & Doc, 245, 172, 2005.
- [3] Campbell, F. C. Structural composite materials. ASM international, 2010.
- [4] Liang, D., Qiu, L., Shi, L., Cai, J., Yuan, S., & Liu, P. Chapter Structural Health Monitoring for Composite Materials, 2012.
- [5] Miracle, DB., Donaldson, SL. Introduction to Composites. ASM Handbook, 21, 3-17, 2001.
- [6] Farrar, C. R., Worden, K. An introduction to structural health monitoring. In: Deraemaeker A., Worden K. (eds) *New Trends in Vibration Based Structural Health Monitoring*. CISM Courses and Lectures, 520, 1-17, 2010.
- [7] Qing, X., Kumar, A., Zhang, C., Gonzalez, I. F., Guo, G., Chang, F. K. A hybrid piezoelectric/fiber optic diagnostic system for structural health monitoring. *Smart Materials and Structures*, 14(3), S98, 2005.
- [8] Qing, X. P., Chan, H. L., Beard, S. J., & Kumar, A. An active diagnostic system for structural health monitoring of rocket engines. *Journal of intelligent material systems and structures*, 17(7), 619-628, 2006.
- [9] Ihn, J. B., & Chang, F. K. Pitch-catch active sensing methods in structural health monitoring for aircraft structures. *Structural Health Monitoring*, 7(1), 5-19, 2008.
- [10] SAE International. Guidelines for implementation of structural health monitoring on fixed wing aircraft. In: Standard No. ARP6461 of the G-11SHM Committee on Structural Health Monitoring and Management (AISC). SAE International, Warrendale, Pennsylvania, USA, 2013.
- [11] Yuan, F. G. Structural health monitoring (SHM) in aerospace structures. Woodhead Publishing, 2016.
- [12] GAY, D. Matériaux composites. 3 -ème édition, Hermès, 1991.
- [13] G. Chrétien. Matériaux composites, Edition Technique et Documentation (Lavoisier), ISBN 2 85206 325 5, 1986.
- [14] Baley, C., Grohens, Y., Pillin, I. State-of-the-art of biodegradable composite materials. *Revue des composites et des matériaux avancés*, 14(2), 135-166, 2004.

- 
- [15] Wambua, P., Ivens, J., & Verpoest, I. Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics?. *Composites science and technology*, 63(9), 1259-1264, 2003.
- [16] Joshi, S. V., Drzal, L. T., Mohanty, A. K., Arora, S. Are natural fiber composites environmentally superior to glass fiber reinforced composites?. *Composites Part A: Applied science and manufacturing*, 35(3), 371-376, 2004.
- [17] Corbière-Nicollier, T., Laban, B. G., Lundquist, L., Leterrier, Y., Manson, J. A., Joliet, O. Life cycle assessment of biofibres replacing glass fibres as reinforcement in plastics. *Resources, Conservation and recycling*, 33(4), 267-287, 2001.
- [18] Bonnafeous, C. Analyse multi échelle des mécanismes d'endommagement de composites chanvre/époxy à renforts tissés (Doctoral dissertation, Chasseneuil-du-Poitou, Ecole nationale supérieure de mécanique et d'aérotechnique), 2010.
- [19] Garkhail, S. K., Heijenrath, R. W. H., Peijs, T. Mechanical properties of natural-fibre-mat-reinforced thermoplastics based on flax fibres and polypropylene. *Applied Composite Materials*, 7(5), 351-372, 2000.
- [20] Heijenrath, R., Peijs, T. Natural-fibre-mat-reinforced thermoplastic composites based on flax fibres and polypropylene. *Advanced composites letters*, 5(3), 096369359600500303, 1996.
- [21] Baley, C., Bourmaud, A. Average tensile properties of French elementary flax fibers. *Materials letters*, 122, 159-161, 2014.
- [22] Raquez, J. M., Deléglise, M., Lacrampe, M. F., Krawczak, P. Thermosetting (bio) materials derived from renewable resources: A critical review. *Progress in polymer science*, 35(4), 487-509, 2010.
- [23] Schuster, J., Govignon, Q., Bickerton, S. Processability of biobased thermoset resins and flax fibres reinforcements using vacuum assisted resin transfer moulding. *Journal of Composite Materials*, 4(01), 1-11, 2014.
- [24] Yang, Y., Boom, R., Irion, B., van Heerden, D. J., Kuiper, P., de Wit, H. Recycling of composite materials. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 51, 53-68, 2012.
- [25] Raj, R. G., Kokta, B. V. Daneault, C. Wood flour as a low-cost reinforcing filler for polyethylene: studies on mechanical properties. *Journal of materials science*, 25(3), 1851-1855, 1990.
- [26] Harper, D., Wolcott, M. Interaction between coupling agent and lubricants in wood-polypropylene composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 35(3), 385-394, 2004.
- [27] Aranberri-Askargorta, I., Lampke, T., Bismarck, A. Wetting behavior of flax fibers as reinforcement for polypropylene. *Journal of colloid and interface science*, 263(2), 580-589, 2003.
- [28] Karmarkar, A., Chauhan, S. S., Modak, J. M., Chanda, M. Mechanical properties of wood-fiber reinforced polypropylene composites: Effect of a novel compatibilizer with isocyanate

- 
- functional group. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 38(2), 227-233, 2007.
- [29] Naik, J. B., Mishra, S. Esterification effect of maleic anhydride on surface and volume resistivity of natural fiber/polystyrene composites. *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 46(5), 537-540, 2007.
- [30] Sean, S. T. Composites from newsprint fiber and polystyrene. *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 46(4), 421-425, 2007.
- [31] Sujaritjun, W., Uawongsuwan, P., Pivsa-Art, W., Hamada, H. Mechanical property of surface modified natural fiber reinforced PLA biocomposites. *Energy Procedia*, 34, 664-672, 2013.
- [32] Mohanty, A. K., Wibowo, A., Misra, M., Drzal, L. T. Effect of process engineering on the performance of natural fiber reinforced cellulose acetate biocomposites. *Composites Part A: applied science and manufacturing*, 35(3), 363-370, 2004.
- [33] Satyanarayana, K. G., Arizaga, G. G., & Wypych, F. Biodegradable composites based on lignocellulosic fibers - An overview. *Progress in polymer science*, 34(9), 982-1021, 2009.
- [34] Faruk, O., Bledzki, A. K., Fink, H. P., & Sain, M. Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000-2010. *Progress in polymer science*, 37(11), 1552-1596, 2012.
- [35] Beaumont, P. W. R., Dimant, R. A., & Shercliff, H. R. Failure processes in composite materials: getting physical. *Journal of materials science*, 41(20), 6526-6546, 2006.
- [36] Staszewski, W. J. Intelligent signal processing for damage detection in composite materials. *Composites Science and Technology*, 62(7-8), 941-950, 2002.
- [37] Masmoudi, S., El Mahi, A., & Turki, S. Use of piezoelectric as acoustic emission sensor for in situ monitoring of composite structures. *Composites Part B: Engineering*, 80, 307-320, 2015.
- [38] Dahmene, F., Yaacoubi, S., & Mountassar, M. E. Acoustic emission of composites structures: story, success, and challenges. *Physics Procedia*, 70, 599-603, 2015.
- [39] Maillet, E., Baker, C., Morscher, G. N., Pujar, V. V., & Lemanski, J. R. Feasibility and limitations of damage identification in composite materials using acoustic emission. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 75, 77-83, 2015.
- [40] Kaiser, J. Untersuchungen uber das auftreten Gerauschen beim Zugversuch (Doctoral dissertation, Technische hochschule, Munich), 1950.
- [41] Schofield, B. H. Acoustic emission under applied stress. *Lessells and Associates INC Waltham ma*, 27, 1963.
- [42] Tatro, C. A. Sonic technique in the detection of crystal slip in metal. *Engineering Research*, 1, 23-28, 1959.
- [43] Dunegan, H. L. *Acoustic Emission: A Promising Technique*, UCID-4643, Lawrence, 1963.
- [44] Roget, J. *Essais non destructif: l'emission acoustique: mise en oeuvre et applications*. Association française de normalisation, 1988.

- 
- [45] Marec, A., Thomas, J. H., & El Guerjouma, R. 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 (Doctoral dissertation, Le Mans Université), 2008.
- [46] Shaira, M. Caractérisation non destructive de la transformation martensitique de l'acier 304L induite par déformation cyclique (Doctoral dissertation, INSA de Lyon), 2006.
- [47] Ono, K. Trends of recent acoustic emission literature. *Journal of acoustic emission*, 12(3-4), 177-198, 1994.
- [48] El Mahi, A., Salem, I. B., Assarar, M., Berbaoui, R., Poilane, C., El Guerjouma, R. Analyse par émission acoustique de l'endommagement des matériaux éco-composites. In 10ème Congrès Français d'Acoustique, 2010.
- [49] Sachse, W. Acoustic emission: current practice and future directions. ASTM, 1991.
- [50] PCI-2 based AE system user's manual, rev 2 part #: 6301 – 1000, Physical Acoustics Corporation, October 2004.
- [51] Le Gall, T. Simulation de l'émission acoustique : Aide à l'identification de la signature acoustique des mécanismes d'endommagement (Doctoral dissertation, Université de Lyon), 2016.
- [52] Li, L., Lomov, S. V., Yan, X. Correlation of acoustic emission with optically observed damage in a glass/epoxy woven laminate under tensile loading. *Composite structures*, 123, 45-53, 2015.
- [53] Gutkin, R., Green, C. J., Vangrattanachai, S., Pinho, S. T., Robinson, P., & Curtis, P. T. On acoustic emission for failure investigation in CFRP: Pattern recognition and peak frequency analyses. *Mechanical systems and signal processing*, 25(4), 1393-1407, 2011.
- [54] Roundi, W., El Mahi, A., El Gharad, A., Rebiere, J. L. Acoustic emission monitoring of damage progression in glass/epoxy composites during static and fatigue tensile tests. *Applied Acoustics*, 132, 124-134, 2018.
- [55] Sause, M. G., Gribov, A., Unwin, A. R., Horn, S. Pattern recognition approach to identify natural clusters of acoustic emission signals. *Pattern Recognition Letters*, 33(1), 17-23, 2012.
- [56] Kersani, M., Lomov, S. V., Van Vuure, A. W., Bouabdallah, A., Verpoest, I. Damage in flax/epoxy quasi-unidirectional woven laminates under quasi-static tension. *Journal of composite materials*, 49(4), 403-413, 2015.
- [57] De Rosa, I. M., Santulli, C., Sarasini, F. Acoustic emission for monitoring the mechanical behaviour of natural fibre composites: A literature review. *Composites part A: applied science and manufacturing*, 40(9), 1456-1469, 2009.
- [58] Elouaer, A., Aboura, Z., Ayad, R., Sabhi, H., Elouaer, A., Aboura, Z., & De, M. B. S. Monitoring of fatigue damage in composites-based fiber plant. *Journées Nationale des Composites*, 2009.

- 
- [59] Romhany, G., Karger-Kocsis, J., & Czigany, T. Tensile fracture and failure behavior of technical flax fibers. *Journal of Applied Polymer Science*, 90(13), 3638-3645, 2003.
- [60] Bravo, A., Toubal, L., Koffi, D., & Erchiqui, F. Characterization of tensile damage for a short birch fiber-reinforced polyethylene composite with acoustic emission. *Int J Mater Sci*, 3(3), 79-89, 2013.
- [61] Proust, A., Lagunegrand, L., Lorriot, T., Warnier, H., & Lenain, J. C. Détermination d'un critère d'amorçage du délaminage au sein d'un matériau composite à l'aide de la technique d'émission acoustique. *Comptes Rendus de la Conférence Matériaux*, Dijon, 2006.
- [62] Habibi, M., Lebrun, G., & Laperrière, L. Experimental characterization of short flax fiber mat composites : tensile and flexural properties and damage analysis using acoustic emission. *Journal of Materials Science*, 52(11), 6567-6580, 2017.
- [63] Monti, A., El Mahi, A., Jendli, Z., & Guillaumat, L. 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, 2016.
- [64] Roundi, W., El Mahi, A., El Gharad, A., & Rebiere, J. L. Acoustic emission monitoring of damage progression in glass/epoxy composites during static and fatigue tensile tests. *Applied Acoustics*, 132, 124-134, 2018.
- [65] Aslan, M. Investigation of damage mechanism of flax fibre LPET commingled composites by acoustic emission. *Composites Part B: Engineering*, 54, 289-297, 2013.
- [66] Brissaud, M. *Matériaux piézoélectriques : caractérisation, modélisation et vibration*. PPUR presses polytechniques, 2007.
- [67] Kessler, S. S. Piezoelectric-based in-situ damage detection of composite materials for structural health monitoring systems (Doctoral dissertation, Massachusetts Institute of Technology), 2002.
- [68] Matt, H. M. Structural diagnostics of CFRP composite aircraft components by ultrasonic guided waves and built-in piezoelectric transducers (Doctoral dissertation, UC San Diego), 2007.
- [69] Monnier, T., Jayet, Y., Guy, P., & Baboux, J. C. The piezoelectric implant method: implementation and practical applications. *Smart materials and structures*, 9(3), 267, 2000.
- [70] Mall, S., & Hsu, T. L. Electromechanical fatigue behavior of graphite/epoxy laminate embedded with piezoelectric actuator. *Smart Materials and Structures*, 9(1), 78, 2000.
- [71] Lin, M., & Chang, F. K. The manufacture of composite structures with a built-in network of piezoceramics. *Composites Science and Technology*, 62(7-8), 919-939, 2002.
- [72] Agnes, G. S., & Mall, S. Structural integrity issues during piezoelectric vibration suppression of composite structures. *Composites Part B: Engineering*, 30(7), 727-738, 1999.
- [73] Annamdas, V. G. M., Yang, Y., & Soh, C. K. Impedance based concrete monitoring using embedded PZT sensors. *International journal of civil and structural engineering*, 1(3), 414, 2010.



- 
- [74] Yang, S. M., Hung, C. C., & Chen, K. H. Design and fabrication of a smart layer module in composite laminated structures. *Smart Materials and Structures*, 14(2), 315, 2005.
- [75] Cote, F., Masson, P., Mrad, N., & Cotoni, V. Dynamic and static modelling of piezoelectric composite structures using a thermal analogy with MSC/NASTRAN. *Composite Structures*, 65(3-4), 471-484, 2004.
- [76] Paget, C. A., Levin, K., & Delebarre, C. Actuation performance of embedded piezoceramic transducer in mechanically loaded composites. *Smart Materials and Structures*, 11(6), 886, 2002.
- [77] Ihn, J. B., & Chang, F. K. Detection and monitoring of hidden fatigue crack growth using a built-in piezoelectric sensor/actuator network: I. Diagnostics. *Smart materials and structures*, 13(3), 609, 2004.
- [78] Ghezzi, F., & Nemat-Nasser, S. Effects of embedded SHM sensors on the structural integrity of glass fiber/epoxy laminates under in-plane loads. In *Sensor Systems and Networks: Phenomena, Technology, and Applications for NDE and Health Monitoring*, 6530, 65300, 2007.
- [79] De Rosa, I. M., & Sarasini, F. Use of PVDF as acoustic emission sensor for in situ monitoring of mechanical behaviour of glass/epoxy laminates. *Polymer Testing*, 29(6), 749-758, 2010.
- [80] Lee, E. G., Lee, J. K., Jang, W. Y., Lee, J. G., & Kim, J. Y. Domain switching characteristics of preferentially oriented lead zirconate titanate thin films. *Journal of materials science letters*, 19(21), 1917-1919, 2000.
- [81] Park, H. B., Park, C. Y., Hong, Y. S., Kim, K., & Kim, S. J. Structural and dielectric properties of PLZT ceramics modified with lanthanide ions. *Journal of the American Ceramic Society*, 82(1), 94-102, 1999.
- [82] Egusa, S., & Iwasawa, N. Piezoelectric paints as one approach to smart structural materials with health-monitoring capabilities. *Smart Materials and Structures*, 7(4), 438, 1998.
- [83] Wang, B. L., Han, J. C., & Du, S. Y. Electroelastic fracture dynamics for multilayered piezoelectric materials under dynamic anti-plane shearing. *International journal of solids and structures*, 37(38), 5219-5231, 2000.
- [84] Livneh, S. S., Janas, V. F., & Safari, A. Development of fine scale PZT ceramic fiber/polymer shell composite transducers. *Journal of the American Ceramic Society*, 78(7), 1900-1906, 1995.
- [85] Bent, A. A., Hagood, N. W., & Rodgers, J. P. Anisotropic actuation with piezoelectric fiber composites. *Journal of intelligent material systems and structures*, 6(3), 338-349, 1995.
- [86] Brissaud, M. *Matériaux piézoélectriques: caractérisation, modélisation et vibration*. PPUR presses polytechniques, 2007.
- [87] Case, S. W., & Carman, G. P. Compression strength of composites containing embedded sensors or actuators. *Journal of intelligent material systems and structures*, 5(1), 4-11, 1994.

- 
- [88] Kumar, P. P., Soma Sekhar, B. V., Balasubramaniam, K., Krishnamurthy, C. V., & Maxfield, B. In-Situ Damage Detection in Plate Structures Using PWAS and Non-Contact Laser Doppler, 2007.
- [89] Chen, Y., Wen, Y., & Li, P. Characterization of PZT ceramic transducer embedded in concrete. *Sensors and Actuators A: Physical*, 128(1), 116-124, 2006.
- [90] Data sheet ACX Model QP15N, Active Control eXperts (ACX), The Athenaeum Building, 215 First Street, Cambridge, MA 02142 1227, USA,
- [91] Data sheet 740B02 Dynamic ICP®, PCB Piezotronics Inc., 3425 Walden Avenue, Depew, 14043 New York, NY, USA,
- [92] Ha, K. A combined piezoelectric composite actuator and its application to wing/blade tips (Doctoral dissertation, Georgia Institute of Technology), 2005.
- [93] Paget, C. Active health monitoring of aerospace composite structures by embedded piezoceramic transducers (Doctoral dissertation, Institutionen för flygteknik), 2001.
- [94] Elspass, W. J., Kunzmann, J., Flemming, M., & Baumann, D. Design, manufacturing, and verification of piezoceramics embedded in fiber-reinforced thermoplastics. In *Smart structures and materials : Smart structures and integrated systems*, 2443, 327-333, 1995.
- [95] Hagood, N. W., Crawley, E. F., De Luis, J., & Anderson, E. H. Development of integrated components for control of intelligent structures. IN : *Smart materials*, 80-104, 1989.
- [96] Moulin, E., Assaad, J., Delebarre, C., Kaczmarek, H., & Balageas, D. Piezoelectric transducer embedded in a composite plate: application to Lamb wave generation. *Journal of Applied Physics*, 82(5), 2049-2055, 1997.
- [97] Warkentin, D., & Crawley, E. Embedded electronics for intelligent structures. In *32nd Structures, Structural Dynamics, and Materials Conference* (p. 1084), 1991.
- [98] Bourasseau, S., Dupont, M., Pernice, M., Thiriot, A., Blanquet, P., Demol, T., Delebarre C., Coutellier, D. Integration of optical fibers and piezoelectric ceramics in composite materials. *3rd International Conference on Intelligent Materials and 3rd European Conference on Smart Structures and Materials*, 2779, 180-185, 1996.
- [99] Paget, C. A., & Levin, K. Structural integrity of composites with embedded piezoelectric ceramic transducers. In *Smart Structures and Materials: Smart Structures and Integrated Systems*, 3668, 306-313, 1999.
- [100] Neary, T. E., Huston, D. R., Wu, J., Spillman Jr, W. B. In-situ damage monitoring of composite structures. *Smart Structures and Materials: Smart Sensing, Processing, and Instrumentation*, 2718, 202-217, 1996.
- [101] Mall, S., & Coleman, J. M. Monotonic and fatigue loading behavior of quasi-isotropic graphite/epoxy laminate embedded with piezoelectric sensor. *Smart Materials and Structures*, 7(6), 822, 1998.
- [102] Hansen, J., Vizzini, A., Hansen, J., & Vizzini, A. Fatigue response of a host structure with interlaced embedded devices. *structures, structural dynamics, and materials conference*, 1346, 1997.

- 
- [103] S. Mall, Integrity of graphite/epoxy laminate embedded with piezoelectric sensor/actuator under monotonic and fatigue loads. *Smart Materials and Structures*, 11, 527–33, 2002.
- [104] Jacob, A. Composites can be recycled. *Reinforced Plastics*, 55(3), 45–46, 2011.
- [105] Goodship, V. (Ed.). *Management, recycling and reuse of waste composites*. Elsevier, 2009.
- [106] Krawczak, P. Recyclage des composites. *Techniques de l'ingénieur, base documentaire, matériaux th11, plasturgie procédés spécifiques aux composites, réf : AM5895 v1*, 2011.
- [107] Pimenta, S., & Pinho, S. T. Recycling carbon fibre reinforced polymers for structural applications: Technology review and market outlook. *Waste management*, 31(2), 378–392, 2011.
- [108] Oliveira Nunes, A. Composites renforcés à fibres de carbone : récupération des fibres par vapo-thermolyse, optimisation du procédé. (Doctoral dissertation, Ecole nationale des Mines d'Albi-Carmaux), 2015.
- [109] Coulibaly, M. Modélisation micromécanique et caractérisation expérimentale du comportement des matériaux hétérogènes élastoviscoplastiques: application à la valorisation des polymères recyclés (Doctoral dissertation, Université Paul Verlaine-Metz), 2008.
- [110] Nivon, M. Sécurité dans la transformation des plastiques. Ed. *Techniques Ingénieur*, 2001.
- [111] Pickering, S. J. Thermal methods for recycling waste composites. In *Management, recycling and reuse of waste composites*, Woodhead Publishing, 65–101, 2010.
- [112] Schinner, G., Brandt, J., Richter, H. Recycling carbon-fiber-reinforced thermoplastic composites. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 9(3), 239–245, 1996.
- [113] Morin, C., Loppinet-Serani, A., Cansell, F., Aymonier, C. Near-and supercritical solvolysis of carbon fibre reinforced polymers (CFRPs) for recycling carbon fibers as a valuable resource: State of the art. *The journal of supercritical fluids*, 66, 232–240, 2012.
- [114] Palmer, J. A. T. Mechanical recycling of automotive composites for use as reinforcement in thermoset composites, 2009.
- [115] Roux, M., Dransfeld, C., Eguémann, N., Giger, L. Processing and recycling of a thermoplastic composite fibre/peek aerospace part. In *Proceedings of the 16th European conference on composite materials (ECCM 16)*, 22–26, 2014.
- [116] Bouazza, H. Recyclage des matériaux composites thermodurcissables à usage naval. *Université des sciences et de la technologie d'Oran*, 2011.
- [117] Cunliffe, A. M., Jones, N., Williams, P. T. Recycling of fibre-reinforced polymeric waste by pyrolysis: thermo-gravimetric and bench-scale investigations. *Journal of analytical and applied pyrolysis*, 70(2), 315–338, 2003.
- [118] Yoon, K. H., DiBenedetto, A. T., Huang, S. J. Recycling of unsaturated polyester resin using propylene glycol. *Polymer*, 38(9), 2281–2285, 1997.

- 
- [119] Oliveux, G., Dandy, L. O., Leeke, G. A. Current status of recycling of fibre reinforced polymers: Review of technologies, reuse and resulting properties. *Progress in Materials Science*, 72, 61-99, 2015.
- [120] Liu, Y., Liu, J., Jiang, Z., Tang, T. Chemical recycling of carbon fibre reinforced epoxy resin composites in subcritical water: synergistic effect of phenol and KOH on the decomposition efficiency. *Polymer degradation and stability*, 97(3), 214-220, 2012.
- [121] Okajima, I., Hiramatsu, M., Shimamura, Y., Awaya, T., & Sako, T. Chemical recycling of carbon fiber reinforced plastic using supercritical methanol. *The journal of supercritical fluids*, 91, 68-76, 2014.
- [122] Tagaya, H., Shibasaki, Y., Kato, C., Kadokawa, J. I., & Hatano, B. Decomposition reactions of epoxy resin and polyetheretherketone resin in sub- and supercritical water. *Journal of Material Cycles and Waste Management*, 6(1), 1-5, 2004.
- [123] Piñero-Hernanz, R., Dodds, C., Hyde, J., García-Serna, J., Poliakoff, M., Lester, E., ... & Wong, K. H. Chemical recycling of carbon fibre reinforced composites in nearcritical and supercritical water. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39(3), 454-461, 2008.
- [124] Gosau, J. M., Wesley, T. F., & Allred, R. E. Modular Recycling Systems for Isolated Waste Producers. In *Proceedings SAMPE 2010 Symposium and Exhibition*, 2010.
- [125] Gurunathan, T., Mohanty, S., & Nayak, S. K. A review of the recent developments in biocomposites based on natural fibres and their application perspectives. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 77, 1-25, 2015.
- [126] Mahmud, S., Hasan, K. F., Jahid, M. A., Mohiuddin, K., Zhang, R., Zhu, J. Comprehensive review on plant fiber-reinforced polymeric biocomposites. *Journal of Materials Science*, 56, 7231-7264, 2021.
- [127] Lachaud, F., Boutin, M., Espinosa, C., Hardy, D. Failure prediction of a new sandwich panels based on flax fibres reinforced epoxy bio-composites. *Composite Structures*, 257, 113361, ISSN 0263-8223, 2021.
- [128] Malloum, A., Mahi, A. E., & Idriss, M. The effects of water ageing on the tensile static and fatigue behaviors of greenpoxy-flax fiber composites. *Journal of Composite Materials*, 53(21), 2927-2939, 2019.
- [129] Bourmaud, A., & Baley, C. Investigations on the recycling of hemp and sisal fibre reinforced polypropylene composites. *Polymer Degradation and stability*, 92(6), 1034-1045, 2007.
- [130] Srebrenkoska, V., Gaceva, G. B., Avella, M., Errico, M. E., & Gentile, G. Recycling of polypropylene-based eco-composites. *Polymer International*, 57(11), 1252-1257, 2008.
- [131] Arbelaz, A., Fernandez, B., Ramos, J. A., Retegi, A., Llano-Ponte, R., & Mondragon, I. Mechanical properties of short flax fibre bundle/polypropylene composites: Influence of matrix/fibre modification, fibre content, water uptake and recycling. *Composites science and technology*, 65(10), 1582-1592, 2005.

- 
- [132] Hammiche, D., Bourmaud, A., Boukerrou, A., Djidjelli, H., & Grohens, Y. Number of processing cycle effect on the properties of the composites based on alfa fiber. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 29(9), 1176–1193, 2016.
- [133] Moreno, D. D. P., & Saron, C. Low-density polyethylene waste/recycled wood composites. *Composite Structures*, 176, 1152–1157, 2017.
- [134] Colucci, G., Simon, H., Roncato, D., Martorana, B., & Badini, C. Effect of recycling on polypropylene composites reinforced with glass fibres. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 30(5), 707–723, 2017.
- [135] Guerrica-Echevarria, G., Eguiazabal, J. I., & Nazabal, J. Effects of reprocessing conditions on the properties of unfilled and talc-filled polypropylene. *Polymer degradation and stability*, 53(1), 1–8, 1996.
- [136] Cousins, D. S., Suzuki, Y., Murray, R. E., Samaniuk, J. R., & Stebner, A. P. Recycling glass fiber thermoplastic composites from wind turbine blades. *Journal of cleaner production*, 209, 1252–1263, 2019.
- [137] Chaouki, H. Modélisation du comportement des composites thermoplastiques à renforts continus dans les procédés de mise en forme (Doctoral dissertation, Université Laval), 2011.
- [138] Mieck, K. P., Lützkendorf, R., & Reussmann, T. Needle-Punched hybrid nonwovens of flax and ppfibers—textile semiproducts for manufacturing of fiber composites. *Polymer composites*, 17(6), 873–878, 1996.
- [139] Ouagne, P., Bizet, L., Baley, C., & Bréard, J. Analysis of the film-stacking processing parameters for PLLA/flax fiber biocomposites. *Journal of Composite Materials*, 44(10), 1201–1215, 2010.
- [140] Kannan, T. G., Wu, C. M., & Cheng, K. B. Effect of different knitted structure on the mechanical properties and damage behavior of Flax/PLA (Poly Lactic acid) double covered uncommingled yarn composites. *Composites Part B: Engineering*, 43(7), 2836–2842, 2012.
- [141] Miao, M., & Shan, M. Highly aligned flax/polypropylene nonwoven preforms for thermoplastic composites. *Composites science and technology*, 71(15), 1713–1718, 2011.
- [142] Bos, H. L. The potential of flax fibres as reinforcement for composite materials. Eindhoven: Technische Universiteit Eindhoven, 2004.
- [143] Van De Velde, K., & Kiekens, P. Effect of flax/PP panel process parameters on resulting composite properties. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 16(5), 413–431, 2003.
- [144] George, G., Joseph, K., Nagarajan, E. R., Jose, E. T., & Skrifvars, M. Thermal, calorimetric and crystallisation behaviour of polypropylene/jute yarn bio-composites fabricated by commingling technique. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 48, 110–120, 2013.

- 
- [145] Kobayashi, S., & Takada, K. Processing of unidirectional hemp fiber reinforced composites with micro-braiding technique. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 46, 173-179, 2013.
- [146] Destaing, F. Contribution à l'étude du comportement mécanique de matériaux composites biosourcés lin/PA11 élaborés par thermocompression (Doctoral dissertation, Caen), 2012.
- [147] Ochi, S. Mechanical properties of kenaf fibers and kenaf/PLA composites. *Mechanics of materials*, 40(4-5), 446-452, 2008.
- [148] Bernard, M., Khalina, A., Ali, A., Janius, R., Faizal, M., Hasnah, K. S., & Sanuddin, A. B. The effect of processing parameters on the mechanical properties of kenaf fibre plastic composite. *Materials & Design*, 32(2), 1039-1043, 2011.
- [149] Takagi, H., & Asano, A. Effects of processing conditions on flexural properties of cellulose nanofiber reinforced "green" composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39(4), 685-689, 2008.
- [150] Rassmann, S., Reid, R. G., & Paskaramoorthy, R. Effects of processing conditions on the mechanical and water absorption properties of resin transfer moulded kenaf fibre reinforced polyester composite laminates. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 41(11), 1612-1619, 2010.
- [151] Wakeman, M. D., Cain, T. A., Rudd, C. D., Brooks, R., & Long, A. C. Compression moulding of glass and polypropylene composites for optimised macro-and micro-mechanical properties 3. Sandwich structures of GMTS and commingled fabrics. *Composites science and technology*, 59(8), 1153-1167, 1999.
- [152] Beg, M. D. H., & Pickering, K. L. Accelerated weathering of unbleached and bleached Kraft wood fibre reinforced polypropylene composites. *Polymer Degradation and Stability*, 93(10), 1939-1946, 2008.
- [153] Madsen, B., Hoffmeyer, P., & Lilholt, H. Hemp yarn reinforced composites-III. Moisture content and dimensional changes. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 43(11), 2151-2160, 2012.
- [154] Takemura, K., & Minekage, Y. Effect of molding condition on tensile properties of hemp fiber reinforced composite. *Advanced Composite Materials*, 16(4), 385-394, 2007.
- [155] Plackett, D., Andersen, T. L., Pedersen, W. B., & Nielsen, L. Biodegradable composites based on L-poly lactide and jute fibres. *Composites science and technology*, 63(9), 1287-1296, 2003.
- [156] Kiran, G. B., Suman, K. N. S., Rao, N. M., & Rao, R. U. M. A study on the influence of hot press forming process parameters on mechanical properties of green composites using Taguchi experimental design. *International Journal of Engineering, Science and Technology*, 3(4), 253-263, 2011.
- [157] Moothoo, J., Garnier, C., & Ouagne, P. Valorisation matière de chûtes de production de composites thermoplastiques par le procédé de thermo-compression. *Journées Nationales sur les Composites JNC20*, 2017.

- 
- [158] Bahlouli, N., Pessey, D., Raveyre, C., Guillet, J., Ahzi, S., Dahoun, A., & Hiver, J. M. Recycling effects on the rheological and thermomechanical properties of polypropylene-based composites. *Materials & Design*, 33, 451-458, 2012.
- [159] Aurrekoetxea, J., Sarrionandia, M. A., Urrutibeascoa, I., Maspoch, M. L. Effects of recycling on the microstructure and the mechanical properties of isotactic polypropylene. *Journal of materials science*, 36(11), 2607-2613, 2001.
- [160] Yan, L., Kasal, B., Huang, L. A review of recent research on the use of cellulosic fibres, their fibre fabric reinforced cementitious, geo-polymer and polymer composites in civil engineering. *Composites Part B: Engineering*, 92, 94-132, 2016.
- [161] Lefeuvre, A., Bourmaud, A., Morvan, C., Baley, C. Elementary flax fibre tensile properties: correlation between stress-strain behaviour and fibre composition. *Industrial Crops and Products*, 52, 762-769, 2014.
- [162] Placet, V., Cissé, O., & Boubakar, M. L. Nonlinear tensile behaviour of elementary hemp fibres. Part I: Investigation of the possible origins using repeated progressive loading with in situ microscopic observations. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 56, 319-327, 2014.
- [163] Khalfallah, M., Abbès, B., Abbès, F., Guo, Y. Q., Marcel, V., Duval, A., Vanfleteren, F., Rousseau, F. Innovative flax tapes reinforced Acrodur biocomposites: A new alternative for automotive applications. *Materials & Design*, 64, 116-126, 2014.
- [164] Thermoplastic resins Elium for composite parts. (n.d.).  
<http://www.arkema.com/en/products/product-finder/range-viewer/Elium-resins-for-composites>.
- [165] Bhudolia, S. K., Perrotey, P., & Joshi, S. C. Optimizing polymer infusion process for thin ply textile composites with novel matrix system. *Materials*, 10(3), 293, 2017.
- [166] Monti, A. Élaboration et caractérisation mécanique d'une structure composite sandwich à base de constituants naturels (Doctoral dissertation, Le Mans), 2016.
- [167] Ceramic, P. I. (2016). Piezoelectric ceramic products: fundamentals, characteristics and applications. Lederhose: PI Ceramic GmbH: <https://www.piceramic.com/en>.
- [168] Baley, C., Le Duigou, A., Bourmaud, A., & Davies, P. Influence of drying on the mechanical behaviour of flax fibres and their unidirectional composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 43(8), 1226-1233., 2012.
- [169] ASTM D3039/D3039M. Méthode d'essai standard pour les propriétés de traction des matériaux composites à matrice polymère, 2017
- [170] ASTM D3479 / D3479M Methode d'essai standard pour la tension de fatigue-Tension de polymere matrice composite *Materiaux*, 2012.
- [171] Idriss, M., El Mahi, A., Assarar, M., & El Guerjouma, R. Damping analysis in cyclic fatigue loading of sandwich beams with debonding. *Composites Part B: Engineering*, 44(1), 597-603, 2013.

- 
- [172] Bravo, A., Toubal, L., Koffi, D., & Erchiqui, F. Characterization of tensile damage for a short birch fiber-reinforced polyethylene composite with acoustic emission. *Int J Mater Sci*, 3(3), 79-89, 2013.
- [173] NOESIS software, advanced acoustic emission data analysis pattern recognition and neural networks, 2004.
- [174] Likas, A., Vlassis, N., & Verbeek, J. J. The global k-means clustering algorithm. *Pattern recognition*, 36(2), 451-461, 2003.
- [175] Davies, D. L., & Bouldin, D. W. A cluster separation measure. *IEEE transactions on pattern analysis and machine intelligence*, (2), 224-227, 1979.
- [176] Grosse, C. U., & Ohtsu, M. (Eds.). *Acoustic emission testing*. Springer Science & Business Media, 2008.
- [177] ASTM E756-98: Standard Test Method for Measuring Vibration Damping Properties of Materials,.
- [178] De Silva, C. W. *Vibration: fundamentals and practice*. CRC press, 2006.
- [179] Lanczos, C. *An iteration method for the solution of the eigenvalue problem of linear differential and integral operators*, 1950.
- [180] Moubamou Kebeno, K. P., Michel, J. F. *Contrôle de santé des structures : Application à l'aéronautique*. Etude bibliographique. Ecole des mines DOUAI, 2018.
- [181] Vallons, K., Zong, M., Lomov, S. V., & Verpoest, I. Carbon composites based on multi-axial multi-ply stitched preforms–Part 6. Fatigue behaviour at low loads: Stiffness degradation and damage development. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 38(7), 1633-1645, 2007.
- [182] Lamy, B., & Pomel, C. Influence of fiber defects on the stiffness properties of flax fibers-epoxy composite materials. *Journal of materials science letters*, 21(15), 1211-1213, 2002.
- [183] Hamad, W. Y. On the mechanisms of cumulative damage and fracture in native cellulose fibres. *Journal of materials science letters*, 17(5), 433-436, 1998.
- [184] de Andrade Silva, F., Chawla, N., & de Toledo Filho, R. D. An experimental investigation of the fatigue behavior of sisal fibers. *Materials Science and Engineering: A*, 516(1-2), 90-95, 2009.
- [185] Farooq, M. K. *Comportement mécanique des composites sandwichs en statique et fatigue cyclique* (Doctoral dissertation, Le Mans Université), 2003.
- [186] Essassi, K. *Développement et caractérisation statique et dynamique d'un composite sandwich à âme auxétique et à constituants naturels* (Doctoral dissertation, Le Mans Université), 2020.
- [187] Foulon, A. *Détermination de la signature acoustique de la corrosion des composites SVR (stratifiés verre résine)* (Doctoral dissertation, Université de Technologie de Compiègne), 2015.



- 
- [188] Verdier, J. Deux ou trois choses que je sais des quartiles et des boîtes à moustaches. *Revue de l'APMEP*, 435, 456-465. 2001
- [189] Haggui, M., El Mahi, A., Jendli, Z., Akrouf, A., & Haddar, M. Static and fatigue characterization of flax fiber reinforced thermoplastic composites by acoustic emission. *Applied acoustics*, 147, 100-110, 2019.
- [190] Pagano, F. Mécanismes de fatigue dominés par les fibres dans les composites stratifiés d'unidirectionnels (Doctoral dissertation, Paris Sciences et Lettres), 2019.
- [191] Prabhakaran, S. Krishnaraj, V. Senthil, M. Zitoune. R. Sound and Vibration Damping Properties of Flax Fiber Reinforced Composites. *Procedia Engineering*, 97 :573-581, 2014.
- [192] Duc, F. Bourban, P.E. Plummer, C.J.G. and J.E. Manson. Damping of thermoset and thermoplastic flax fibre composites. *Composite Part A*, 64 :115-123, 2014.
- [193] F. Duc, P.E. Bourban, and J.E. Manson. The role of twist and crimp on the vibration behaviour of flax fibre composites. *Composite Science and Technology*, 102 :94-99, 2014.
- [194] Yong, J. Contribution à l'étude d'un capteur de force piézoélectrique résonant à forte raideur pour interfaces haptiques aéronautiques (Doctoral dissertation, Université Toulouse III-Paul Sabatier), 2013.
- [195] Michaeli, W. Einführung in die Kunststoffverarbeitung, Hanser Verlag, 2006 (ISBN 3-446-40580-1).
- [196] Nguyen, T. L. Approche multi-échelles dans les matériaux polymères : de la caractérisation nanométrique aux effets d'échelles (Doctoral dissertation, Université de Technologie de Compiègne), 2014.
- [197] Kholodovych, V., Welsh, W. J. Densities of amorphous and crystalline polymers. In *Physical properties of polymers handbook*, Springer, 611-617, 2007.
- [198] Wulfhorst, B. *Textile Fertigungsverfahren: Eine Einführung*. Hanser Verlag, 1998.
- [199] Essid, S. Monti, A. Hoang, T. T. Jendli, Z. El Mahi, A. Analyse comparative du comportement mécanique et vibratoire de composites organiques en résine Elium renforcée de fibres de lin et de verre. *Comptes Rendus des JNC 20*, Ecole des Ponts ParisTech, 2017.
- [200] Romhany, G., Karger-Kocsis, J., & Czigany, T. Tensile fracture and failure behavior of technical flax fibers. *Journal of Applied Polymer Science*, 90(13), 3638-3645, 2003.
- [201] Bezazi, A. R., El Mahi, A., Berthelot, J. M., & Bezzazi, B. Flexural fatigue behavior of cross-ply laminates: An experimental approach. *Strength of materials*, 35(2), 149-161, 2003.
- [202] Daoud, H., Rebière, J. L., Makni, A., Taktak, M., El Mahi, A., & Haddar, M. Numerical and experimental characterization of the dynamic properties of flax fiber reinforced composites. *International Journal of applied mechanics*, 8(05), 1650068, 2016.

- 
- [203] Berthelot, J. M., Assarar, M., Sefrani, Y., & El Mahi, A. Damping analysis of composite materials and structures. *Composite Structures*, 85(3), 189-204, 2008.
- [204] Rogueda-Berriet, C., Bahlouli, N., Pessey, D. Mechanical behavior of recycled polypropylene composites under tensile, bending, and creep loading: experimental and modeling. *Journal of engineering materials and technology*, 133, 030907-030907, 2011.
- [205] Da Costa, HM., Ramos, VD., Rocha, MC. Rheological properties of polypropylene during multiple extrusion. *Polymer Testing*, 24(1), 86-93, 2005.
- [206] Da Costa, HM., Ramos, VD., De Oliveira, MG. Degradation of polypropylene (PP) during multiple extrusions: thermal analysis, mechanical properties and analysis of variance. *Polymer Testing*, 26, 676, 2006.