



Influence de l'humidité sur le comportement en statique et en dynamique d'un composite PLA/Lin

Zeineb Kesentini

► To cite this version:

Zeineb Kesentini. Influence de l'humidité sur le comportement en statique et en dynamique d'un composite PLA/Lin. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Le Mans Université; École nationale d'ingénieurs de Sfax (Tunisie), 2022. Français. NNT : 2022LEMA1043 . tel-04001957

HAL Id: tel-04001957

<https://theses.hal.science/tel-04001957>

Submitted on 23 Feb 2023

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

Zeineb KESENTINI

Influence de l'humidité sur le comportement en statique et en dynamique d'un composite PLA/Lin

Thèse présentée et soutenue à Le Mans Université, le 09/12/2022

Unité de recherche : LAUM - Laboratoire d'Acoustique de l'Université du Mans - UMR CNRS 6613

Thèse N° : 2022LEMA1043

Rapporteurs avant soutenance :

Joseph Moysan	Professeur des universités, Aix-Marseille Université
Mounir Ben Amar	Maître de conférences HDR, Université Sorbonne Paris Nord

Composition du Jury :

Présidente :	
Salima Bouvier	Professeur des universités, UTC, Laboratoire Roberval
Examineur :	
Hamdi Hentati	Professeur des universités, École Supérieure des Sciences et de la Technologie de Hammam Sousse
Dir. de thèse :	
Abderrahim El Mahi	Professeur des universités, Le Mans Université
Moez Beyaoui	Maître de conférences, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax-ENIS
Co-dir. de thèse :	
Jean Luc Rebière	Maître de conférences HDR, Le Mans Université
Co-encadrant :	
Mohamed HADDAR	Professeur des universités, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax-ENIS

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 **EL MAHI Abderrahim** et Monsieur **REBIÈRE Jean-Luc**, pour leurs soutiens, leurs disponibilités durant ces 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 mes directeurs de thèse coté Tunisien Monsieur **BEYAOUI Moez** et Monsieur **HADDAR Mohamed**, leurs aides, leurs collaborations ainsi que leurs conseils avisés. J'adresse mes remerciements également aux directeurs de laboratoire Monsieur **DAZEL Olivier** et Monsieur **HADDAR Mohamed**, pour avoir facilité toutes démarches administratives et financières de la thèse. J'exprime ma gratitude à Monsieur **EL GUERJOUMA Rachid** pour son soutien, ses aides et ses conseils.*

*De même, je remercie Monsieur **MOYSAN Joseph** et Monsieur **BEN AMAR Mounir** d'avoir accepté de rapporter ce travail. J'adresse également mes remerciements à Madame **BOUVIER Salima** et Monsieur **HENTATI Hamdi**, membres de jury, pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail en acceptant de l'examiner.*

*Mes pensées s'adressent aussi tout naturellement à ma famille. D'abord à mes parents **FETHI** et **ASMA** qui m'ont soutenu tout au long de mes études et m'ont toujours encouragé quelle que soit la voie que je décidais de prendre. Je remercie aussi mes sœurs **HAJEUR** et **FATMA**, mes frères **AHMED** et **TAIEB**, ainsi que mes beaux-frères **OUSSEMA** et **ILYES**. Enfin, je remercie mon compagnon **SAMI** et ma copine **RHAB** pour leurs encouragements et tous nos éclats de rire et des bons moments.*

Résumé

L'objectif de cette thèse est l'étude de l'effet de l'humidité sur le comportement mécanique en statique, en fatigue et en vibration d'un composite et des sandwichs à âme auxétique réentrante. Les matériaux considérés sont constitués de fibres courtes de lin associées à un biopolymère Acide Poly-Lactique « PLA ». Ces matériaux biosourcés sont élaborés par la technique de fabrication additive « impression 3D ».

Tout d'abord, la cinétique de diffusion de l'eau dans la peau composite, dans l'âme auxétique composée de 1, 2, 3 et 4 cellules ainsi que dans les sandwichs a été étudiée. Les résultats d'absorption de l'eau sont analysés et le comportement de diffusion correspond à celui du modèle de Fick.

Ensuite, l'effet du vieillissement hydrique sur le comportement en statique de la peau composite et des sandwichs non vieillis et vieillis est étudié sous des sollicitations en traction et en flexion. Une attention particulière est portée sur l'étude des propriétés élastiques en flexion pour les sandwichs. De plus, pour suivre l'évolution des mécanismes d'endommagement, tous ces essais ont été instrumentés par la technique d'émission acoustique (EA). Ainsi, les principaux événements acoustiques ont été analysés et associés à des mécanismes d'endommagement à l'aide des observations microscopiques.

Par la suite, l'effet du vieillissement hydrique sur le comportement en fatigue de la peau composite et des sandwichs est étudié. La durée de vie et l'évolution de l'endommagement sont analysées en suivant la rigidité, la quantité d'énergie dissipée ainsi que l'amortissement en fonction du nombre de cycles de fatigue. Comme dans le cas des essais en statique, tous les essais en fatigue ont été instrumentés par la technique d'émission acoustique (EA) afin d'analyser les principaux événements acoustiques et détecter ceux entraînant des endommagements jusqu'à la rupture des matériaux.

En vibration, des essais d'analyses modales ont été menés dans le cas de vibration en configuration encastree/libre à l'aide d'un vibromètre laser et la technique d'impulsion. Les valeurs expérimentales du module de Young, de la rigidité équivalente ainsi que de l'amortissement de la peau composite et des sandwichs non vieillis et vieillis ont été analysées pour différentes durées d'immersion. Enfin, une modélisation basée sur la méthode des éléments finis a été réalisée permettant d'évaluer le comportement vibratoire des matériaux. Une bonne corrélation entre les résultats des essais expérimentaux et des simulations numériques est obtenue pour les matériaux non vieillis et vieillis.

En plus de ce rapport, le travail de cette thèse a conduit aux publications et communications suivantes :

■ **Articles impactés :**

- [A-1] Kesentini, Z., El Mahi, A., Rebiere, J. L., El Guerjouma, R., Beyaoui, M., & Haddar, M. (2022). Effect of hydric aging on the static and vibration behavior of 3D printed bio-based flax fiber reinforced poly-lactic acid composites. *Polymers and Polymer Composites*, 30, 09673911221081826, DOI : [10.1177/09673911221081826](https://doi.org/10.1177/09673911221081826).
- [A-2] Kesentini, Z., El Mahi, A., Rebiere, J. L., El Guerjouma, R., Beyaoui, M., & Haddar, M. (2022). Static and Fatigue Tensile Behavior and Damage Mechanisms Analysis in Aged Flax Fiber/PLA Composite. *International Journal of Applied Mechanics*, 14(8), 2250080, DOI : [10.1142/S1758825122500806](https://doi.org/10.1142/S1758825122500806).

■ **Chapitres indexés :**

- [CH-1] Kesentini, Z., El Mahi, A., Rebiere, J. L., El Guerjouma, R., Beyaoui, M., & Haddar, M. (2021, March). Water Aging Effect on the Vibration Behavior of the Bio-Based Flax/PLA Composites. In *International Conference on advances in Materials, Mechanics and Manufacturing* (pp. 156-163). Springer, Cham. DOI : [10.1007/978-3-030-84958-0_17](https://doi.org/10.1007/978-3-030-84958-0_17).

■ **Communications dans congrès nationaux et internationaux**

- [C-1] Kesentini, Z., El Mahi, A., Rebiere, J. L., El Guerjouma, R., Beyaoui, M., & Haddar, M. Water aging effect on the vibration behavior of the bio-based flax/PLA composites, Tunisie, *international conference on Advanced Materials Mechanics and Manufacturing A3M*, 25-26 Mars 2021.
- [C-2] Kesentini, Z., El Mahi, A., Rebiere, J. L., El Guerjouma, R., Beyaoui, M., & Haddar, M. Characterization of the vibration behavior of aged bio-based composite flax/PLA, *Comptest 2021*, 18-20 Mai 2021.
- [C-3] Kesentini, Z., El Mahi, A., Rebiere, J. L., El Guerjouma, R., Beyaoui, M., & Haddar, M. Vieillissement hydrique des Bio-composites PLA/lin fabriqués par impression 3D, *Les Journées Nationales sur les Composites*, 28-30 Juin 2021.
- [C-4] Kesentini, Z., El Mahi, A., Rebiere, J. L., El Guerjouma, R., Beyaoui, M., & Haddar, M. Damping behavior of water-aged bio-based sandwich, Tunisie, *Ninth International Congress Design and Modelling of Mechanical Systems CMSM*, 20-22 Décembre 2021.
- [C-5] Kesentini, Z., El Mahi, A., Rebiere, J. L., El Guerjouma, R., Beyaoui, M., & Haddar, M. Analyse par émission acoustique de l'effet de l'humidité sur les mécanismes d'endommagement d'un sandwich à constituants naturels et à âme auxétique imprimé en 3D, Marseille, *16^{ème} congrès Français d'Acoustique CFA*, 11-15 Avril 2022.
- [C-6] Kesentini, Z., El Mahi, A., Rebiere, J. L., El Guerjouma, R., Beyaoui, M., & Haddar, M. Effect of water aging on the vibration behavior of a biosourced sandwich, *Journées de L'Ecole Doctorale « Sciences et Technologies » JEDST22*, 20-22 Mai 2022.
- [C-7] Kesentini, Z., El Mahi, A., Rebiere, J. L., El Guerjouma, R., Beyaoui, M., & Haddar, M. Analyse expérimentale et numérique du comportement vibratoire d'un composite sandwich bio-sourcé à âme auxétique en milieu humide, Marrakech (Maroc), *International Congress of Applied Mechanics*, 16-18 novembre 2022.

Table des matières

Introduction générale.....	1
Chapitre 1 : Etude bibliographique	9
1.1. Introduction.....	10
1.2. Les matériaux composites	10
1.2.1. Renforts	11
1.2.1.1. Renforts synthétiques.....	11
1.2.1.2. Renforts biosourcés	11
1.2.2. Matrices	14
1.2.2.1. Matrices thermodurcissables.....	14
1.2.2.2. Matrices thermoplastiques	14
1.2.2.3. Biopolymères	15
1.2.3. Classification des matériaux composites.....	16
1.3. Les matériaux sandwichs	17
1.3.1. Les peaux du sandwich	17
1.3.2. L'âme du sandwich	17
1.3.3. Procédés de mise en œuvre des sandwichs.....	18
1.4. Sandwich en nid d'abeilles conventionnelles-réentrantes	20
1.4.1. Généralité	20
1.4.2. Comportement des sandwichs à âmes auxétiques.....	21
1.5. Vieillissement des matériaux composites.....	23
1.5.1. Cinétique de diffusion	23
1.5.2. Comportement de diffusion	25
1.5.2.1. Influence de la température sur le comportement diffusif	25
1.5.2.2. Influence de la fraction volumique des fibres.....	26
1.5.2.3. Autres facteurs influençant le comportement de diffusion	27
1.5.3. Effet de l'humidité sur les propriétés mécaniques	28

1.6.	Modélisation du comportement diffusif et des propriétés mécaniques	30
1.7.	Suivis des mécanismes d'endommagement des matériaux composites	31
1.8.	Comportement en vibration des composites à fibres naturelles.....	33
1.9.	Conclusion	35
Chapitre 2 : Matériaux et vieillissement hydrique		37
2.1.	Introduction.....	38
2.2.	Matériaux et procédé de mise en œuvre	39
2.2.1.	Matériaux.....	39
2.2.1.1.	Les fibres de lin	39
2.2.1.2.	L'acide polylactique PLA.....	41
2.2.1.3.	Le composite PLA/lin	42
2.2.2.	Sandwich à âme auxétique réentrante	43
2.2.3.	Procédé de fabrication	44
2.3.	Vieillissement hydrique du sandwich et ses constituants.....	45
2.3.1.	Protocole expérimental.....	45
2.3.2.	Mesure d'absorption de l'eau.....	47
2.3.3.	Modèle de diffusion de Fick	47
2.4.	Résultats d'absorption	48
2.4.1.	Absorption de l'eau par la peau	48
2.4.2.	Absorption de l'eau par l'âme.....	51
2.4.3.	Absorption de l'eau par les sandwichs	52
2.5.	Conclusion	53
Chapitre 3 : Effet du vieillissement hydrique sur le comportement statique.....		55
3.1.	Introduction.....	56
3.2.	Protocoles expérimentaux	56
3.2.1.	Essai de traction	56
3.2.2.	Essai de flexion.....	57
3.2.3.	Suivi par émission acoustique des essais de traction et de flexion	58
3.3.	Effet du vieillissement hydrique sur le comportement statique de la peau	61

3.3.1.	Caractérisation en traction statique	61
3.3.2.	Résultats de la classification par émission acoustique.....	64
3.3.2.1.	Analyse et caractérisation des classes	64
3.3.2.2.	Attribution des classes d'EA aux mécanismes d'endommagement.....	67
3.4.	Effet du vieillissement hydrique sur le comportement statique des sandwichs	68
3.4.1.	Caractérisation en flexion 3-points statique.....	68
3.4.2.	Etude du comportement élastique	69
3.4.2.1.	Rigidités équivalentes.....	69
3.4.2.2.	Propriétés des constituants.....	72
3.4.3.	Résultats de la classification par émission acoustique.....	73
3.5.	Conclusion	78
Chapitre 4 : Effet du vieillissement hydrique sur le comportement en fatigue		81
4.1.	Introduction.....	82
4.2.	Protocoles expérimentaux	83
4.2.1.	Essai de traction en fatigue de la peau composite	83
4.2.2.	Essai de flexion en fatigue des sandwichs.....	83
4.2.3.	Calcul de l'amortissement en fatigue	84
4.3.	Effet du vieillissement sur le comportement du composite en fatigue	85
4.3.1.	Evolution des propriétés mécaniques	85
4.3.2.	Amortissement du composite en fatigue	87
4.3.3.	Analyse des mécanismes d'endommagement.....	90
4.4.	Effet du vieillissement sur le comportement des sandwichs en fatigue.....	93
4.4.1.	Evolution des propriétés mécaniques	93
4.4.2.	Amortissement des sandwichs en fatigue.....	97
4.4.3.	Analyse des mécanismes d'endommagement.....	101
4.5.	Conclusion	106
Chapitre 5 : Effet du vieillissement sur le comportement vibratoire		107
5.1.	Introduction.....	108
5.2.	Méthodes expérimentales d'analyse modale.....	108

5.2.1.	Méthode de la bande passante à -3 dB.....	110
5.2.2.	Protocole expérimental.....	111
5.3.	Effet du vieillissement sur le comportement vibratoire de la peau composite.....	112
5.3.1.	Effet du vieillissement sur le module de Young.....	112
5.3.2.	Effet du vieillissement sur l'amortissement.....	113
5.4.	Effet du vieillissement sur le comportement vibratoire des sandwichs.....	114
5.4.1.	Effet du vieillissement sur la rigidité équivalente.....	114
5.4.2.	Effet du vieillissement sur l'amortissement.....	116
5.5.	Analyse par élément finis du comportement vibratoire	118
5.5.1.	Présentation du modèle éléments finis.....	119
5.5.2.	Détermination des fréquences propres.....	120
5.5.3.	Evaluation des caractéristiques mécaniques.....	122
5.5.3.1.	Matériaux non vieillis.....	122
5.5.3.2.	Matériaux vieillis	123
5.6.	Conclusion	127
	Conclusion générale et perspectives.....	129
	Références bibliographiques	133

Liste des figures

Figure 1. 1. Fibres naturelles courantes	13
Figure 1. 2. a) Tiges de lin rouies sous forme de balle et b) Mèches de lin prélevées de peignage.	13
Figure 1. 3. Exemples de matrices polymères pétro ou biosourcés.....	16
Figure 1. 4. Classes des matériaux composites	16
Figure 1. 5. Exemple d'un sandwich à âme en nid d'abeilles.....	18
Figure 1. 6. Processus d'impression 3D.	20
Figure 1. 7. Géométrie des cellules en nid d'abeilles et système de coordonnées utilisées dans les modèles analytiques pour les structures.....	21
Figure 1. 8. Déformation d'une structure auxétique en traction.....	22
Figure 1. 9. Evolution homogène des cellules auxétique par éléments finis.....	23
Figure 1. 10. Courbes gravimétriques d'absorption de l'eau.	24
Figure 1. 11. Représentation schématique de la pénétration de l'eau dans un composite.....	25
Figure 1.12. Comportement d'absorption à 20 et 40°C des bio- composites PLA/lin fabriqués par injection et empilements de films	28
Figure 1. 13. Distribution de l'amplitude des signaux d'EA en fonction du temps de l'essai pour le : a) linépoxyde non-vieilli et b) linépoxyde vieilli	32
Figure 2. 1. Diagramme de choix des matériaux.....	39
Figure 2. 2. Structure d'une fibre élémentaire.....	40
Figure 2. 3. Structure d'une tige de lin.....	40
Figure 2. 4. Cycle de vie du PLA	41
Figure 2. 5. a) Paramètres de l'âme et b) Les quatre architectures.	44
Figure 2. 6. a) Makerbot 3D et b) Bobine PLA/lin Nanovia.	45
Figure 2. 7. Echantillons à immerger : a) Peau, b) Ames et c) Sandwichs	46
Figure 2. 8. Balance STARTORIUS.	47
Figure 2. 9. Evolution de l'absorption de l'eau par la peau composite.	49
Figure 2. 10. Evolution de l'absorption de l'eau par les quatre âmes auxétiques.....	51
Figure 2. 11. Evolution de l'absorption de l'eau par les quatre sandwichs.	52

Figure 3. 1. Dispositif expérimental de la traction.	57
Figure 3. 2. Dispositif expérimental de la flexion 3-points.	58
Figure 3. 3. Dispositif de suivi par émission acoustique.....	58
Figure 3. 4. Paramètres d'acquisition des événements acoustiques.....	59
Figure 3. 5. Courbes contrainte/déformation pour différentes durées d'immersion.....	62
Figure 3. 6. Courbes contrainte/déformation pour les quatre durées d'immersion.....	62
Figure 3. 7. Evolution des propriétés statiques en fonction de l'absorption	63
Figure 3. 8. Analyse des données d'émission acoustiques pour différentes durées d'immersion.....	66
Figure 3. 9. Caractéristiques moyennes obtenues pour les différentes durées d'immersion de la : a) classe 1 et b) classe 2.	67
Figure 3. 10. Observations microscopiques d'une éprouvette : a) non vieillie et b) vieillie jusqu'à saturation.....	68
Figure 3. 11. Force/déplacement pour différentes durées d'immersion des sandwichs à âme avec : a) 1 cellule, b) 2 cellules, c) 3 cellules et d) 4 cellules.	69
Figure 3. 12. Variation de la raideur des sandwichs.....	71
Figure 3. 13. Evolution du rapport $P/(Wd)$ en fonction du carré de la distance entre appuis pour les 4 sandwichs vieillis.....	71
Figure 3. 14. Propriétés des constituants des sandwichs déduites des essais de flexion pour différentes durées d'immersion	73
Figure 3. 15. Analyse des données d'émission acoustiques des sandwichs à âme avec 1 cellule pour différentes durées d'immersion.....	74
Figure 3. 16. Analyse des données d'émission acoustiques des sandwichs à âme avec 2 cellules pour différentes durées d'immersion	75
Figure 3. 17. Analyse des données d'émission acoustiques des sandwichs à âme avec 3 cellules pour différentes durées d'immersion	76
Figure 3. 18. Analyse des données d'émission acoustiques des sandwichs à âme avec 4 cellules pour différentes durées d'immersion	77
Figure 4. 1. Eprouvette haltère.	83
Figure 4. 2. Sandwichs à âmes auxétiques réentrante.	84
Figure 4. 3. Représentation d'un cycle d'hystérésis.....	84

Figure 4. 4. Evolution de la charge en fonction du nombre de cycles pour quatre durées d'immersion.	85
Figure 4. 5. Evolution de la rigidité ($F_{\max}/F_{0\max}$) en fonction de la durée d'immersion pour différents nombres de cycles de fatigue	86
Figure 4. 6. Evolution des énergies en fonction du nombre de cycles pour quelques durées d'immersion	88
Figure 4. 7. Evolution de l'amortissement en fonction du nombre de cycles pour différentes durées d'immersion.	88
Figure 4. 8. Evolution de l'amortissement en fonction de la durée d'immersion pour différents nombres de cycles de fatigue	89
Figure 4. 9. Observations microscopiques des : a) composite non vieilli et b) composite vieilli pendant 30 jours.	91
Figure 4. 10. Analyse des données acoustiques du composite	92
Figure 4. 11. Dégradation de la rigidité ($F_{\max}/F_{0\max}$) en fonction du nombre de cycles pour à différentes durées d'immersion pour les sandwichs à âme avec : a) 1 cellule, b) 2 cellules, c) 3cellules et d) 4 cellules.....	94
Figure 4. 12. Evolution de la rigidité ($F_{\max}/F_{0\max}$) en fonction de la durée d'immersion du sandwich S1C à âme avec une seule cellule pour différents nombres de cycles de fatigue.....	95
Figure 4. 13. Evolution de la rigidité ($F_{\max}/F_{0\max}$) en fonction de la durée d'immersion du sandwich S2C à âme avec deux cellules pour différents nombres de cycles de fatigue.....	95
Figure 4. 14. Evolution de la rigidité ($F_{\max}/F_{0\max}$) en fonction de la durée d'immersion du sandwich S3C à âme avec trois cellules pour différents nombres de cycles de fatigue.....	96
Figure 4. 15. Evolution de la rigidité ($F_{\max}/F_{0\max}$) en fonction de la durée d'immersion du sandwich S4C à âme avec quatre cellules pour différents nombres de cycles de fatigue.....	96
Figure 4. 16. Energie dissipée en fonction du nombre de cycles pour différentes durées d'immersion des sandwichs à âmes avec : a) 1 cellule, b) 2 cellules, c) 3 cellules et d) 4 cellules.	97
Figure 4. 17. Evolution de l'amortissement en fonction du nombre de cycles à différentes durées d'immersion des sandwichs à âme avec : a) 1 cellule, b) 2 cellules, c) 3 cellules et d) 4 cellules.	98

Figure 4. 18. Evolution de l'amortissement en fonction de la durée d'immersion du sandwich à âme avec une seule cellule S1C pour différents nombres de cycles de fatigue.....	99
Figure 4. 19. Evolution de l'amortissement en fonction de la durée d'immersion du sandwich à âme avec deux cellules S2C pour différents nombres de cycles de fatigue.....	100
Figure 4. 20. Evolution de l'amortissement en fonction de la durée d'immersion du sandwich à âme avec trois cellules S3C pour différents nombres de cycles de fatigue	100
Figure 4. 21. Evolution de l'amortissement en fonction de la durée d'immersion du sandwich à âme avec quatre cellules S4C pour différents nombres de cycles de fatigue.....	101
Figure 4. 22. Analyse des données acoustiques du sandwich S1C à âme avec 1 cellule pour différentes durées d'immersion	102
Figure 4. 23. Analyse des données acoustiques du sandwich S2C à âme avec 2 cellules pour différentes durées d'immersion.....	103
Figure 4. 24. Analyse des données acoustiques du sandwich à âme avec 3 cellules pour différentes durées d'immersion.....	104
Figure 4. 25. Analyse des données acoustiques du sandwich à 4 cellules pour différentes durées d'immersion	105
Figure 5. 1. Exemple de FRF d'un sandwich : a) Diagramme dans le plan de Bode et b) Représentation du mode 2 dans le plan de Nyquist [149].....	109
Figure 5. 2. Méthode de la bande passante à -3dB : a) Représentation de la FRF, b) Isolation d'un pic de résonance.....	110
Figure 5. 3. Dispositif expérimental de vibration	112
Figure 5. 4. Evolution du module de Young de la peau composite : a) en fonction de la fréquence pour différentes durées d'immersion et b) en fonction de la durée d'immersion pour trois fréquences.....	113
Figure 5. 5. Evolution de l'amortissement de la peau composite : a) en fonction de la fréquence pour différentes durées d'immersion et b) en fonction de la durée d'immersion pour trois fréquences.....	114
Figure 5. 6. Evolution de la rigidité équivalente en fonction de la fréquence pour différentes durées d'immersion du sandwich à âme auxétique	

avec : a) 1 cellule S1C, b) 2 cellules S2C, c) 3 cellules S3C et d) 4 cellules S4C.....	115
Figure 5. 7. Evolution de la rigidité équivalente en fonction de la durée d'immersion pour trois fréquences du sandwich à âme auxétique avec : a) 1 cellule S1C, b) 2 cellules S2C, c) 3 cellules S3C et d) 4 cellules S4C.....	116
Figure 5. 8. Evolution de l'amortissement en fonction de la fréquence pour différentes durées d'immersion du sandwich à âme auxétique avec : a) 1 cellule S1C, b) 2 cellules S2C, c) 3 cellules S3C et d) 4 cellules S4C.....	117
Figure 5. 9. Evolution de l'amortissement en fonction de la durée d'immersion pour trois fréquences du sandwich à âme auxétique avec : a) 1 cellule S1C, b) 2 cellules S2C, c) 3 cellules S3C et d) 4 cellules S4C.....	118
Figure 5. 10. a) Conditions aux limites et b) Exemple de maillage d'un sandwich S1C avec une âme à 1 cellule.....	120
Figure 5. 11. Spectre des fréquences propres simulées.....	120
Figure 5. 12. Comparaison des résultats numériques et expérimentaux : a) courbes de résonance et b) Fréquences propres.	121
Figure 5. 13. Déformées modales des quatre modes propres du sandwich S3C à âme auxétique avec 3 cellules suivant la largeur de l'éprouvette.....	121
Figure 5. 14. Comparaison des résultats expérimentaux et numériques de la peau composite non vieilli : a) Module de Young et b) Amortissement.	122
Figure 5. 15. Comparaison des rigidités équivalentes expérimentales et numériques pour les quatre sandwichs non vieillis à âme avec : a) 1 cellule, b) 2 cellules, c) 3 cellules et d) 4 cellules.	122
Figure 5. 16. Comparaison des amortissements expérimentaux et numériques pour les quatre sandwichs non vieillis à âme avec : a) 1 cellule, b) 2 cellules, c) 3 cellules et d) 4 cellules.	123
Figure 5. 17. Comparaison des résultats expérimentaux et numériques de la peau vieillie durant 3 jours, 30 jours et 45 jours : a) Module de Young, b) Amortissement.....	124
Figure 5. 18. Comparaison des résultats expérimentaux et numériques du sandwich S1C à âme avec une seule cellule vieilli durant 10 jours, 30 jours et 60 jours : a) Module de Young, b) Amortissement.	125

Figure 5. 19. Comparaison des résultats expérimentaux et numériques du sandwich S2C à âme avec deux cellules vieilli durant 10 jours, 30 jours et 60 jours : a) Rigidité équivalente, b) Amortissement.	125
Figure 5. 20.. Comparaison des résultats expérimentaux et numériques du sandwich S3C à âme avec trois cellules vieilli durant 10 jours, 30 jours et 60 jours : a) Rigidité équivalente, b) Amortissement.	126
Figure 5. 21. Comparaison des résultats expérimentaux et numériques du sandwich S4C à âme avec quatre cellules vieilli durant 10 jours, 30 jours et 60 jours : a) Rigidité équivalente, b) Amortissement.	126

Liste des tableaux

Tableau 1. 1. Influence de la température du vieillissement sur les paramètres de diffusion de quelques matériaux	26
Tableau 1. 2. Influence de la fraction volumique des fibres sur les paramètres de diffusion de quelques matériaux	27
Tableau 1. 3. Caractéristiques des signaux acoustiques des sandwichs	32
Tableau 1. 4. Caractéristiques des signaux acoustiques des sandwichs	32
Tableau 2. 1. Composition chimique de la fibre de lin	40
Tableau 2. 2. Propriétés des fibres de lin	41
Tableau 2. 3. Propriétés du PLA	42
Tableau 2. 4. Caractéristiques du PLA/lin selon le fournisseur [NANOVIA].....	43
Tableau 2. 5. Désignation et dimensions des échantillons à immerger.....	46
Tableau 2. 6. Propriétés d'absorption du PLA/lin.	49
Tableau 2. 7. Valeurs à saturation des âmes.....	52
Tableau 3. 1. Caractéristiques des sandwichs en fonction de la durée d'immersion	72

Nomenclature

<i>PLA</i>	Acide polylactique
<i>PP</i>	Polypropylène
<i>PHB</i>	Polyhydroxybutyrate
<i>LPET</i>	Polyéthylène terephthalate modifié (bas point de fusion)
<i>PCL</i>	Polycaprolactone
<i>PBS</i>	Polysuccinate de butyle
<i>MEB</i>	Microscope à balayage électronique
<i>3D</i>	Tridimensionnel
<i>CAO</i>	Conception assisté par ordinateur
<i>CND</i>	Contrôle non destructif
<i>EA</i>	Emission Acoustique
<i>PDT</i>	Temps de montée de l'évènement acoustique
<i>HDT</i>	Fin de l'évènement acoustique
<i>HLT</i>	Temps de mort à la fin de chaque évènement acoustique
<i>ASTM</i>	Normes techniques
<i>ACP</i>	Analyse en composantes principales
<i>FRF</i>	Fonction de réponse en fréquence
<i>K-moyennes</i>	Méthode des centres mobiles
<i>A1C</i>	Âme avec une seule cellule
<i>A2C</i>	Âme avec deux cellules
<i>A3C</i>	Âme avec trois cellules
<i>A4C</i>	Âme avec quatre cellules
<i>S1C</i>	Sandwich à âme avec une seule cellule
<i>S2C</i>	Sandwich à âme avec deux cellules
<i>S3C</i>	Sandwich à âme avec trois cellules
<i>S4C</i>	Sandwich à âme avec quatre cellules
<i>LRI</i>	Infusion de résine liquide
<i>RTM</i>	Moulage par transfert de résine

t	Épaisseur des parois
b	Épaisseur de l'éprouvette suivant l'axe Z
h	Longueur des parois verticales
l	Longueur des parois inclinées
θ	Angle d'inclinaison des parois inclinées
L	Longueur de la cellule suivant l'axe X
H	Longueur de la cellule suivant l'axe Y
D	Coefficient de diffusion
M_{∞}	Masse à saturation
T	Température
E	Module de Young
ρ	Masse volumique
σ_r	Contrainte à la rupture
ε_r	Déformation à la rupture
M_t	Pourcentage en masse de l'eau absorbée
W_t	Masse à un instant t
W_0	Masse avant immersion
φ	Flux de diffusion
C	Concentration
M_m	Masse maximale de l'eau à l'équilibre
h	Épaisseur de l'échantillon immergé
k	Pente
P	Charge appliquée
d	Distance entre appuis
LVQ	Méthode de classification acoustique
Ω_p	Ensemble des données
Δ	Ensemble de classificateurs
x_i	Signal de l'évènement i
m_{xp}	La moyenne de Ω_p
σ_{xp}	Écart type de Δ
R_{ij}	Coefficient de Davies et Bouldin
K	Nombre de classes

d_i	Distances moyennes dans les classes i
d_j	Distances moyennes dans les classes j
d_{ij}	Distance moyenne entre les classes i et j
D	Rigidité équivalente en flexion
N	Rigidité équivalente en cisaillement
W	La flèche
E_p	Module de Young des peaux composites
G_a	Module de cisaillement de l'âme
e_p	Épaisseur des deux peaux
e_a	Épaisseur de l'âme
b	Largeur de l'éprouvette
R	Rapport de chargement
r	Niveau de chargement
d_{min}	Déplacement minimal
d_{max}	Déplacement maximal
d_{rup}	Déplacement à la rupture
E_d	Énergie dissipée
E_p	Énergie potentielle
E_r	Énergie restituée
η	Amortissement
F_{max}	Force maximale
F_{0max}	Force maximale initiale
f	Fréquence
l	Longueur libre de la poutre
e	Épaisseur dans la direction de vibration
C_n	Coefficient pour le $n^{ième}$ mode de vibration en configuration encastré-libre
ρ	Densité
m	Masse du sandwich
L	Longueur totale de la poutre
$\beta_n l$	Coefficient pour le $n^{ième}$ mode de vibration en configuration encastré-libre

Introduction générale

Les matériaux composites sont généralement composés de matrice polymère et renforcés par des fibres synthétiques. Ils sont utilisés depuis quelques décennies dans différentes applications qui requièrent à la fois rigidité et légèreté, notamment dans les domaines du transport, de l'aéronautique, de l'aérospatial et du loisir, etc... Néanmoins, l'utilisation des fibres et des matrices synthétiques pose des problèmes écologiques, notons principalement le problème de recyclabilité de fin de vie. De ce fait, la recherche dans le domaine des composites s'est orientée ces dernières années vers l'étude des matériaux biosourcés qui apparaissent comme une alternative prometteuse sur le plan écologique.

En s'inscrivant dans ce cadre, le développement des composites à base de polymères renforcés de fibres végétales comme le lin, par exemple, semble être un bon compromis grâce à leurs bonnes propriétés mécaniques spécifiques comparables à celles des fibres de verre. Ces fibres peuvent aussi être des constituants de base des matériaux sandwichs biosourcés. Ces sandwichs sont constitués d'une âme plus épaisse et légère et deux peaux minces et rigides. Ils ont l'avantage de présenter des propriétés d'amortissements élevées principalement en flexion et peuvent remplacer les sandwichs synthétiques en raison de leurs propriétés spécifiques comparables. Le principe du sandwich consiste à écarter les deux peaux extérieures avec l'âme au centre et donc d'augmenter le moment quadratique global de la structure. Les âmes biosourcées peuvent être composées de mousse, de bois ou de structures architecturées. Parmi lesquelles, les âmes architecturées auxétiques qui présentent un coefficient de Poisson négatif. Elles se caractérisent par leur grande capacité à absorber les vibrations et l'énergie.

Le point faible encore mal connu de ces matériaux, notamment, sandwichs biosourcés est leur tenue à l'exposition dans un environnement humide, car il entraîne un affaiblissement de leurs propriétés mécaniques. C'est la nature hydrophile des matrices et des fibres naturelles qui constitue un verrou majeur freinant encore leur développement et affecte la durabilité et les mécanismes d'endommagement des composites biosourcés. En plus, les matériaux composites, exposés à un environnement humide ou non, pendant leur

cycle de vie, subissent des agressions conduisant à plusieurs types d'endommagement. De ce fait, des méthodes de contrôle non destructif telle que l'émission acoustique sont souvent utilisées pour la caractérisation de ces défauts.

L'objectif de cette thèse consiste à analyser l'influence du vieillissement hydrique sur le comportement d'une peau composite et des sandwichs à âme auxétique biosourcés. Différents essais en statique et en fatigue suivis par la technique d'émission acoustique ainsi que des essais en vibration ont été réalisés afin de comprendre l'effet du vieillissement sur le comportement de ce type de composite. Le matériau étudié est l'acide poly-lactique (PLA) renforcé par des fibres courtes de lin. L'âme des sandwichs étudiés est une âme auxétique réentrante avec différents nombres de cellules dans la largeur des éprouvettes à étudier. La peau composite ainsi que les sandwichs sont fabriqués par la technique de fabrication additive « impression 3D ».

Le premier chapitre propose une étude bibliographique permettant de présenter les matériaux composites, les sandwichs, les formes auxétiques et l'effet du vieillissement hydrique sur le comportement des composites biosourcés. Une synthèse des différents types de matrices, de renforts et d'âmes ainsi que les différents procédés de fabrication est présentée. Un intérêt particulier a été porté sur les travaux de recherche des structures auxétiques, particulièrement les nids d'abeilles réentrants. Enfin, nous nous sommes concentrés sur le vieillissement hydrique et son effet sur le comportement mécanique des composites ainsi que les facteurs influençant l'absorption de l'eau. De plus, une description des mécanismes d'endommagement des composites et du comportement en vibration est proposée.

Le deuxième chapitre est consacré à la présentation des matériaux étudiés et du processus de vieillissement. Une synthèse concernant la peau composite, les sandwichs à âmes auxétique ainsi que le procédé de fabrication est présenté. Le matériau choisi est 100% biosourcé, recyclable et biodégradable. Ainsi, le PLA (acide poly lactique) renforcé par des fibres de lin a été choisi pour la fabrication de la peau composite et des sandwichs à âme en nid d'abeille auxétique réentrant. Le matériau utilisé est préparé en bobine pour la fabrication additive car l'ensemble des éprouvettes est fabriqué au laboratoire (LAUM)

en utilisant le procédé d'impression 3D. Ensuite, les résultats d'absorption de l'eau par la peau composite et par les sandwichs sont analysés et comparés à un modèle de type Fickien.

Le troisième chapitre met l'accent sur l'effet du vieillissement sur le comportement en statique de la peau composite et des sandwichs en PLA/lin. Dans un premier temps, la peau composite et les sandwichs avec des âmes architecturées de différents nombres de cellules non vieillis sont testés sous des sollicitations statiques en traction et en flexion respectivement. Ensuite, l'effet du vieillissement hydrique sur les matériaux est caractérisé par les mêmes essais réalisés sur des éprouvettes vieillis avec différents taux d'absorption. Une attention particulière est portée sur l'étude des propriétés élastiques en flexion des matériaux sandwichs. De plus, pour suivre l'évolution des mécanismes d'endommagement, tous ces essais ont été instrumentés par la technique d'émission acoustique (EA) afin d'analyser les données acoustiques et de les associer à des mécanismes d'endommagement suite à des observations microscopiques.

Dans le quatrième chapitre, l'effet du vieillissement sur le comportement en fatigue de la peau composite et des sandwichs est étudié. Les essais de fatigue sont réalisés en contrôle de déplacement. La durée de vie et l'évolution de l'endommagement sont analysées en suivant la charge, la quantité d'énergie dissipée ainsi que l'amortissement en fonction du nombre de cycles. Comme dans le cas des essais statiques, tous les essais de fatigues ont été instrumentés par la technique d'émission acoustique afin d'identifier et analyser l'évolution des mécanismes d'endommagement survenus au cours de la fatigue des matériaux.

Le cinquième chapitre présente les résultats d'une analyse expérimentale et une étude numérique par éléments finis du comportement en vibration de la peau composite et des sandwichs non vieillis et vieillis. Des essais d'analyses modales sont menés dans le cas de vibration en configuration encastree/libre. Les poutres sont excitées au moyen d'un marteau d'impact à côté de l'encastrement et la réponse est détectée au niveau de l'extrémité libre au moyen d'un vibromètre laser. L'étude a permis de mesurer les fréquences propres, le module d'élasticité, la rigidité équivalente ainsi que l'amortissement

modal de la peau et des sandwichs. Ensuite, une modélisation basée sur le calcul des structures par éléments finis a été développée. Cette modélisation permet de simuler le comportement vibratoire des éprouvettes dans les mêmes conditions que les essais expérimentaux. Elle a été appliquée pour la peau et pour les sandwichs non vieillis et vieillis. Par la suite, les propriétés dynamiques sont calculées par cette modélisation et comparées aux résultats obtenus expérimentalement.

Enfin, tous les résultats obtenus sont synthétisés dans la conclusion générale de ce manuscrit dont des perspectives sont proposées.

Chapitre 1 : Etude bibliographique

Résumé

Ce chapitre présente une étude bibliographique sur les matériaux composites, les sandwichs à âmes auxétiques et leur vieillissement hydrique. Dans un premier temps, les différents constituants d'un matériau composite sont décrits ainsi que les différents procédés de mise en œuvre. Ensuite, les sandwichs et plus précisément les sandwichs à âmes auxétiques sont présentés.

D'autre part, leur vieillissement hydrique est proposé. La cinétique de diffusion, les paramètres qui l'influent ainsi que l'effet du vieillissement sur les propriétés mécaniques sont abordés. Une revue de la littérature concernant la technique d'émission d'acoustique et des mécanismes d'endommagement est réalisée.

Enfin, une étude bibliographique du comportement dynamique des composites ainsi qu'un exemple de modélisation numérique sont présentés.

1.1. Introduction

Poussée par le contexte environnemental et économique, la communauté scientifique dans le domaine des composites propose le développement des solutions moins consommatrices d'énergie, à savoir des polymères biodégradables renforcés de fibres végétales. Ces derniers présentent une alternative prometteuse des matériaux conventionnels avec des propriétés mécaniques élevées et un poids léger. Toutefois, les performances de ce type de matériaux dans un milieu agressif restent un obstacle, susceptible de gêner considérablement leur utilisation et constitue un verrou majeur qui freine encore leur développement.

Ce chapitre de bibliographie présente, dans une première partie, les principales caractéristiques des bio-composites, leurs architectures, ainsi que leurs procédés de fabrication. Dans cette partie l'accent est mis, essentiellement, sur le sandwich en nid d'abeilles de forme auxétique réentrant et sur le procédé d'impression 3D.

Dans une seconde partie, une attention particulière est accordée aux principaux travaux de recherche développés pour l'étude de la sensibilité de ces matériaux au vieillissement hydrique, due notamment au caractère hydrophile des fibres végétales.

Les mécanismes d'endommagement des composites vieillis et les principales techniques de contrôle et de détection des défauts font l'objet d'une troisième partie.

Enfin la dernière partie de ce chapitre est consacrée à la présentation des travaux expérimentaux et numériques développés dans le cadre de la caractérisation du comportement statique et dynamique des bio-composites.

1.2. Les matériaux composites

Les matériaux composites sont usuellement hétérogènes. Ils sont constitués de différentes composantes nommées renforts et matrices. La nature de ces composantes dépend de l'application visée et leur combinaison permet d'obtenir des propriétés mécaniques spécifiques, équivalentes voire supérieures, à celles des matériaux les constituants.

Le renfort représente l'armature du matériau composite, en assurant sa tenue mécanique. Il est souvent de nature fibreuse ce qui donne au matériau un caractère

directionnel. En fonction de l'agencement spatial des fibres, différentes architectures de renforts fibreux peuvent être obtenues.

1.2.1. Renforts

Les renforts d'un matériau composite existent sous différentes natures, à savoir : des additifs, des charges ponctuelles, des fibres courtes ou bien des fibres longues. Pour avoir un matériau composite avec des propriétés mécaniques élevées, les fibres présentent le type de renforts le plus adapté.

L'orientation des fibres courtes est souvent aléatoire. Dans ce cas, le matériau composite est considéré comme homogène et isotrope équivalent. Cependant, l'orientation des fibres longues est toujours contrôlée afin de renforcer les directions choisies. Les renforts dans ce qui suit sont considérés de type fibres.

1.2.1.1. Renforts synthétiques

Les renforts synthétiques peuvent être d'origine organique (polyéthylène, polyester, etc...) ou bien inorganique (carbone, verre, etc...). Les renforts inorganiques sont les plus utilisés dans l'industrie. Néanmoins, les problématiques liées au développement durable encouragent l'utilisation des matériaux et des ressources renouvelables moins polluantes. Dans ce cadre, les industriels et les chercheurs se sont orientés vers les fibres biosourcées.

1.2.1.2. Renforts biosourcés

Motivées par le contexte environnemental et grâce à leurs propriétés mécaniques et acoustiques, les renforts biosourcés présentent une alternative prometteuse des fibres synthétiques dans les industries et les laboratoires de recherche [1, 2, 3]. Le terme biosourcé caractérise tout matériau issu directement ou indirectement de la biomasse.

Il existe trois familles de renforts biosourcés :

- fibres végétales cellulosiques ;
- fibres animales ;
- fibres minérales.

L'utilisation de fibres d'origines animales (soie, laine, plumes, etc...) est répandue dans le domaine des textiles. Les faibles propriétés mécaniques de ce type de fibres inhibent leurs utilisations pour la réalisation des matériaux composites. Par contre, les fibres d'origine

végétale sont davantage intéressantes, et leurs propriétés soit proches des propriétés de certaines fibres synthétiques comme les fibres de verre [4]. Ces fibres ont été classifiées par Yan et al. [5] selon le type d'une fibre élémentaire (Fig. 1.1.). Plusieurs études ont été réalisées sur les matériaux composites renforcés de différents types de fibres végétales [6] comme les fibres de lin [7], de sisal [8] et de bambou [9].

Beaucoup de fibres biosourcées ont été utilisées dans la fabrication de composites pour être valorisées comme ressources locales. Ainsi, on trouve de nombreuses études portant sur les composites à fibre de coco [10], d'alfa [11], ou de chanvre [12].

D'autres fibres naturelles à savoir les fibres d'orties existent avec des propriétés mécaniques élevées mais elles sont moins connues et moins utilisées. Ces fibres ont été étudiées par Bodros et al. [13]. Ils ont montré qu'elles possèdent des propriétés mécaniques plus élevées. Cependant, ces fibres ne sont quasiment pas utilisées à cause de l'inexistence de filières de culture. En revanche, l'utilisation des fibres de lin pour le renforcement des composites est très étudiée au cours des dernières années. En effet, les fibres de lin ont des caractéristiques physiques et mécaniques prometteuses et elles sont très disponibles surtout en Europe [14]. Annuellement, la production mondiale de lin dépasse 200 000 tonnes, dont 2/3 en Europe, et spécifiquement en France. Les domaines d'application des fibres de lin sont multiples et innovants allant du domaine de textile aux industries de l'aéronautique et de l'automobile. À cela, s'ajoute la nécessité de prendre en compte l'impact environnemental des matériaux composites au cours de leur cycle de vie et la possibilité aussi de valoriser les ressources agricoles [15].

Les fibres de lin sont extraites des tiges de lin de hauteur qui peut atteindre 1,20 m pour un diamètre de 1 à 3 mm. Elles sont extraites via les procédés suivants :

- le rouissage : élimination de l'écorce (Fig. 1.2.a) ;
- le teillage : extraction des morceaux de bois du xylème contenus à l'intérieur des tiges ;
- le peignage : alignement des faisceaux en les divisant en fibres techniques (Fig. 1.2.b).

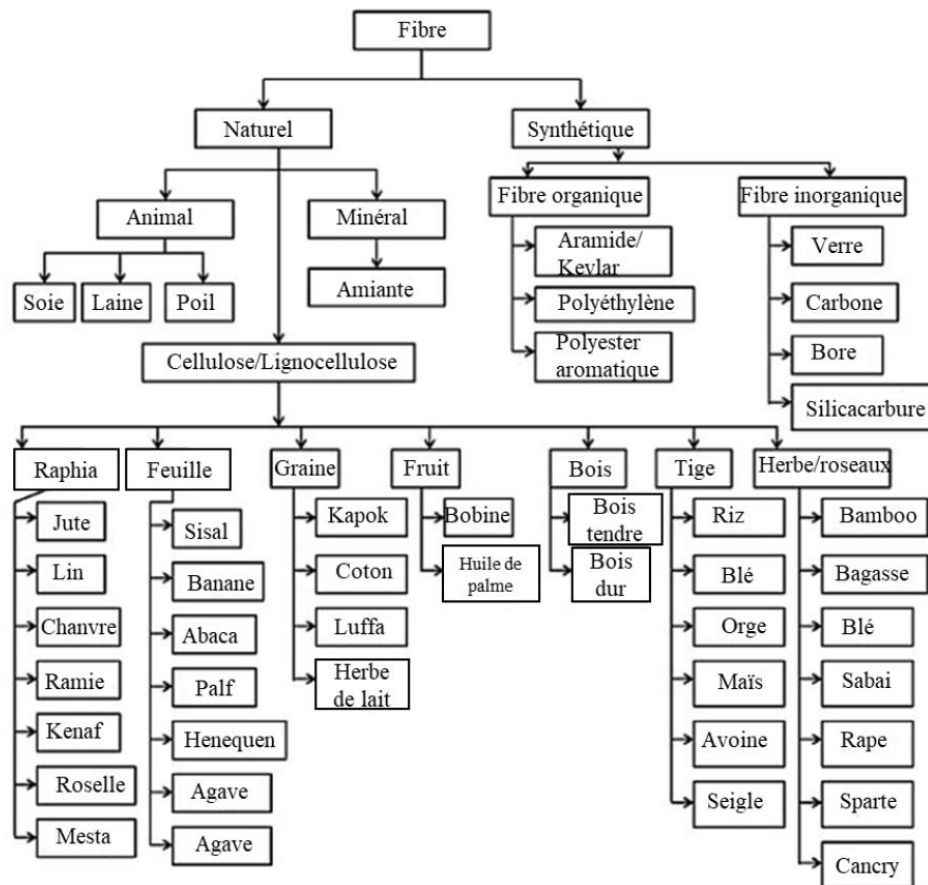


Figure 1. 1. Fibres naturelles courantes [5].



(a)



(b)

Figure 1. 2. a) Tiges de lin rouies sous forme de balle et b) Mèches de lin prélevées de peignage.

Au début, les graines de lin sont semées. Ensuite, après des mois de levée, la récolte s'effectue en arrachant les plantes bien feuillues. L'étape suivante est le rouissage où les tiges sont laissées à l'air libre pendant une durée de quelques semaines jusqu'à trois mois. Une durée de rouissage courte empêche l'extraction des fibres alors qu'une durée longue les dégrade. Lors du rouissage, la combinaison de pluie, de soleil et l'action des micro-

organismes du sol, permet de donner le caractère rigide de la fibre. Enfin, l'étape d'extraction des fibres consiste au battage, décortication, parallélisme et calibrage [16].

1.2.2. Matrices

Les matrices, comparées aux renforts, possèdent des propriétés mécaniques faibles. Cependant, elles sont indispensables dans la composition d'un matériau composite afin de protéger les renforts des agressions chimiques externes et de les garder sous la forme et la géométrie voulues. Les matrices doivent avoir une déformabilité suffisante pour transmettre les sollicitations mécaniques.

Il existe plusieurs familles de matrices, telles que les matrices céramiques, organiques, métalliques ou polymériques. Les matrices polymériques sont les plus exploitées. Elles se trouvent sous trois catégories qui sont les thermodurcissables, les thermoplastiques et aussi les biopolymères. Ces derniers sont issus des ressources naturelles, renouvelables et biodégradables.

1.2.2.1. Matrices thermodurcissables

Les matrices thermodurcissables sont des polymères non biodégradables élaborées à partir d'une réaction chimique pour construire un réseau tridimensionnel de longues chaînes réticulées liées entre elles par des liaisons fortes dites « covalente » [17]. Cette réaction chimique cruciale a rendu complexe la réutilisation et le recyclage de cette matrice. Les matrices thermodurcissables couramment utilisées dans l'industrie sont les résines polyesters, les phénoliques, les silicones, les époxydes, les mélamines, et les polyuréthanes. Actuellement, des matrices thermodurcissables constituées partiellement par des composantes biosourcées existent aussi [18,19]. Citons l'exemple des époxydes qui possèdent 70% de contenu biosourcé.

1.2.2.2. Matrices thermoplastiques

Contrairement aux matrices thermodurcissables, les thermoplastiques sont recyclables. Ceci résulte du fait que les chaînes qui constituent un thermoplastique sont des macromolécules ramifiées par des liaisons faibles dites « liaisons de type Van der Waals ». Ces chaînes sont linéaires et flexibles [20]. Le polyéthylène, le polystyrène ou le polypropylène sont les matrices thermoplastiques les plus connues. De même que les

thermodurcissables, il existe des matrices thermoplastiques partiellement biosourcées comme le polyéthylène téréphtalate. L'utilisation de ce type de matrices améliore les performances environnementales. Néanmoins, la résistance thermique et les propriétés mécaniques des thermoplastiques sont limitées.

De ce fait, trouver un matériau composite faisant un compromis entre les propriétés mécaniques et les performances environnementales est indispensable. En conséquence, l'émergence des composites à constituants 100% naturels est très remarquable ces dernières années.

1.2.2.3. Biopolymères

Les matrices 100% naturelles sont appelées biopolymères. Leur utilisation constitue une avancée écologique dans l'industrie. Un polymère est dit biopolymère lorsqu'il est issu des ressources naturelles renouvelables. Ce type de matrice peut être divisé en trois catégories : les polymères issus d'origine bactérienne comme le poly(hydroxybutyrate) (PHB) ; les polymères issus directement des ressources végétales comme les polysaccharides et les protéines et les polymères obtenus indirectement par polymérisation de monomères eux-mêmes issus de ressources végétales comme l'acide lactique. Ce dernier résulte de la fermentation de sucres ou encore des composés monomères réactifs dérivés d'huiles végétales. Le PLA présente une solution qui répond aux problèmes environnementaux actuels liés à la pollution par le plastique. De plus, le PLA est à la fois biosourcé et biodégradable comme le montre la figure 1.3 donnée par Faruk et al [6]. La biodégradabilité est la décomposition d'un matériau, sous l'action d'organismes vivants, en éléments dépourvus d'effet néfaste sur la nature. Un biopolymère n'est pas forcément biodégradable et vice versa [21].

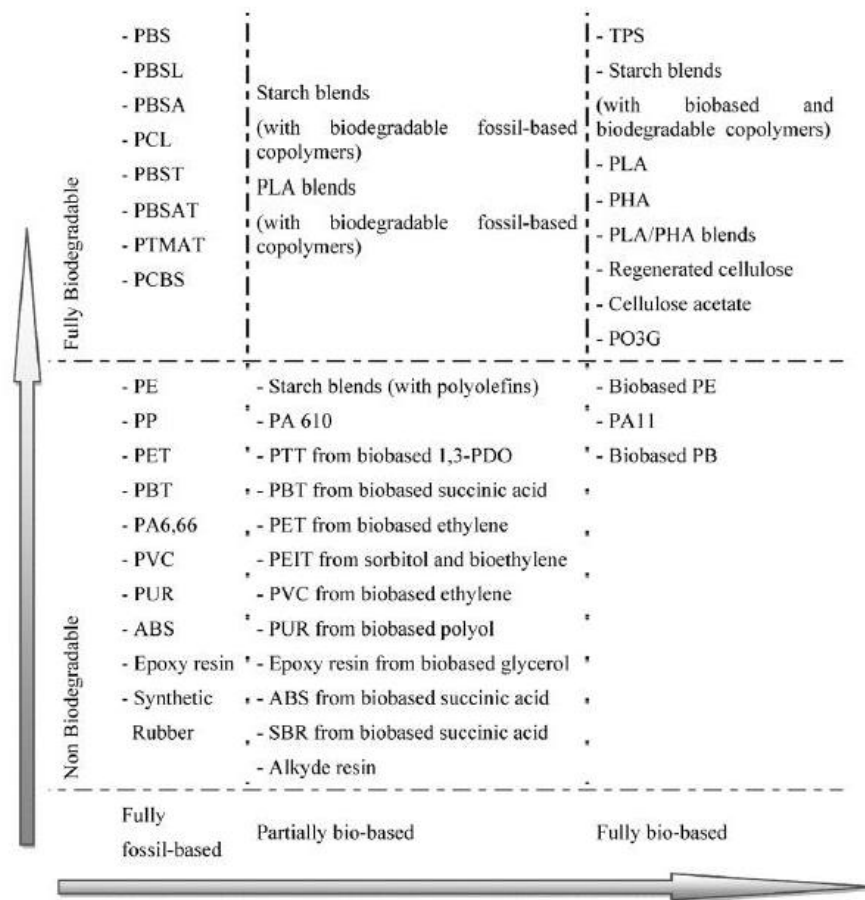


Figure 1. 3. Exemples de matrices polymères pétro ou biosourcés d'après Faruk et al. [6].

1.2.3. Classification des matériaux composites

Les matériaux composites se trouvent en plusieurs classes selon le type du renfort et de la matrice utilisée. La figure 1.4 présente les quatre classes les plus utilisées en industrie.

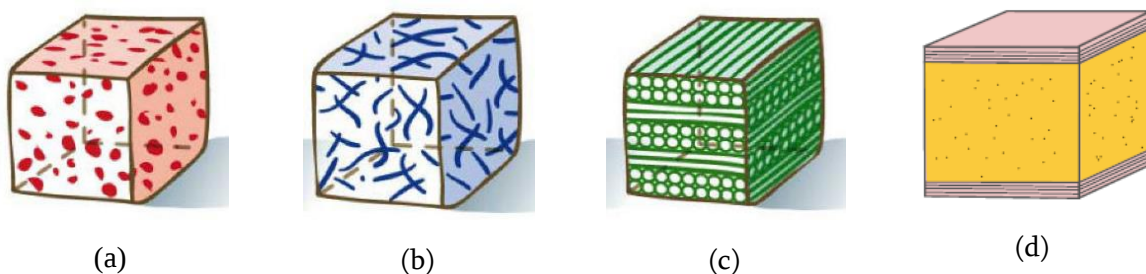


Figure 1. 4. Classes des matériaux composites : a) chargés, b) à fibres courtes, c) stratifiés et d) sandwichs.

La première classe est le composite chargé. Les charges sont utilisées pour améliorer l'adhérence entre les fibres et la matrice ou pour avoir des propriétés particulières comme

la coloration. La deuxième classe des composites est les composites à fibres courtes. Ils ne sont pas destinés à des applications structurales. Ils peuvent être considérés comme des matériaux isotropes. Selon la longueur des fibres, leurs performances peuvent être améliorées.

Les composites stratifiés représentent la troisième classe. Ils sont obtenus suite à un assemblage de différents plis superposés avec une séquence d'empilement adaptée. L'orientation des plis peut être un atout pour l'amélioration des caractéristiques mécaniques. Les stratifiés avec des séquences d'empilement unidirectionnelles et un taux de fibres supérieurs à 50% présentent les propriétés mécaniques les plus élevées. Ce type de composite est utilisé pour concevoir des pièces structurales.

1.3. Les matériaux sandwichs

Les matériaux sandwichs sont utilisés pour la fabrication de pièces de hautes performances mécaniques en flexion et d'un poids allégé. Une âme légère est placée entre deux peaux, généralement en composite, pour obtenir un sandwich. L'âme légère et épaisse supporte les efforts de cisaillement et de compression. Les sandwichs sont utilisés dans les pièces d'aménagement intérieur des avions, les coques des bateaux, ainsi que les cloisons dans les bâtiments, etc...

1.3.1. Les peaux du sandwich

Les peaux supérieure et inférieure du sandwich supportent respectivement les efforts de traction/compression. En conséquence, le matériau qui constitue les peaux composites du sandwich doit être choisi de manière à supporter les efforts de traction/compression. Aussi, elles ont un rôle de protection de l'âme contre les agressions extérieures et un rôle esthétique dans le cas où la pièce est visible.

1.3.2. L'âme du sandwich

Le rôle principal de l'âme consiste à écarter les deux peaux et donc augmenter le moment quadratique global du sandwich (théorème de Huygens). Comme décrit précédemment, l'âme encaisse les efforts de compression pour les sollicitations en compression et les efforts de cisaillement pour les sollicitations en flexion. De ce fait, les âmes de structures cellulaires (nid d'abeille, mousse, etc...) sont recommandées. La taille

de la cellule peut varier afin de changer la masse volumique suivant l'utilisation. L'amortissement [22], les propriétés thermiques [23] et les propriétés de retard de feu [24] peuvent être favorisées selon la structure de la cellule de l'âme. Les sandwichs à âmes cellulaires de type auxétiques possèdent de bonnes propriétés en cisaillement et en amortissement. L'âme cellulaire apporte au sandwich des fonctionnalités supplémentaires. En effet, la compression/décompression de l'air contenu dans les cellules favorise l'amortissement en vibration. La figure 1.5 présente un sandwich avec à âme en nid d'abeilles.

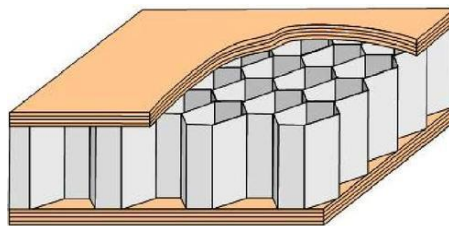


Figure 1. 5. Exemple d'un sandwich à âme en nid d'abeilles.

A titre d'exemple, le liège et le balsa sont deux matériaux biosourcés utilisés en tant qu'âme pour des sandwichs. Le liège est apprécié pour ses caractéristiques intéressantes d'absorption d'énergie [25, 26, 27]. Le balsa, quant à lui, est reconnu pour ses propriétés spécifiques rapportées à la masse en cisaillement et en compression [28, 29]. En conséquent, un sandwich constitué par ces âmes et des peaux composites biosourcées est dit 100% biosourcé.

1.3.3. Procédés de mise en œuvre des sandwichs

La fabrication des composites sandwichs est assurée par trois grandes familles de procédés : la mise en œuvre par assemblage, le procédé dit « one-shot » et le procédé de la fabrication additive.

La fabrication par assemblage consiste à fabriquer séparément les deux peaux et l'âme puis les coller ensemble à l'aide d'un adhésif [30]. Le choix d'un bon adhésif, dans ce cas, est primordial afin d'assurer un bon collage et une interface de bonne qualité. Pour ce faire, il faut garantir la compatibilité de l'adhésif avec les différents constituants ainsi que le degré de viscosité nécessaire. Un adhésif très fluide ne participe pas à l'adhésion, coule dans les cellules et influe certainement sur le comportement du sandwich. Il est à noter

que l'état de surface des peaux et de l'âme peut améliorer l'adhérence en augmentant le coefficient de la rugosité. Pour le cas des âmes en nid d'abeille, ce procédé peut conduire à des défauts pouvant être catastrophiques pour les propriétés mécaniques.

La deuxième famille de mise en œuvre des sandwichs, « one-shot », est utilisée pour des sandwichs à peaux composites. La fabrication des peaux et l'assemblage avec l'âme s'effectuent simultanément. La thermocompression et l'infusion de résine liquide (LRI) sont considérées comme deux méthodes de cette famille de mise en œuvre les plus utilisées. La thermocompression est utilisée à condition que l'âme puisse résister à l'effort de pression nécessaire pour la fabrication des deux peaux [31] et la LRI à condition que la résine est liquide.

Enfin, une autre famille de fabrication adaptée avec la nouvelle technologie est utilisée. C'est la famille de fabrication dite additive (Fig. 1.6). Elle consiste à déposer un filament en fusion couche après couche jusqu'à l'obtention de la pièce demandée. Cette technique, rapporté par De Leon et al. [32], a été initiée par S. Scott Crump dans le dernier quart du 20^{ème} siècle, qui a créé avec sa femme en 1989 la compagnie Stratasys. Ce procédé a pour avantage de fabriquer des pièces complexes en minimisant les déchets. Parmi ces pièces complexes, les sandwichs sont mis en œuvre comme un seul objet sans besoin de faire une couche d'adhésif.

La technique de fabrication additive permet de fabriquer des composites sandwichs avec tous types de fibres courtes et des âmes architecturées. Avant de commencer la fabrication, la pièce à imprimer est créée au préalable à l'aide d'un logiciel CAO avec les dimensions souhaitées et la simulation permet de la découper en plusieurs couches. Ensuite, le modèle 3D est converti au format compatible avec le logiciel de l'imprimante. Plusieurs paramètres doivent être réglés avant le lancement de l'impression comme la température de la tête extrudeuse et la plateforme sur laquelle sont déposées les couches successives. Le réglage de ces paramètres dépend du matériau utilisé. Récemment, le procédé de fabrication additive a été utilisé dans le domaine des matériaux composites [33,34]. Une formulation a été proposée par Leigh et al. [35] pour imprimer des capteurs électroniques qui détectent la flexion et les changements de capacité d'un matériau

composite thermoplastique (la polycaprolactone PCL) chargé par des carbones conducteurs.

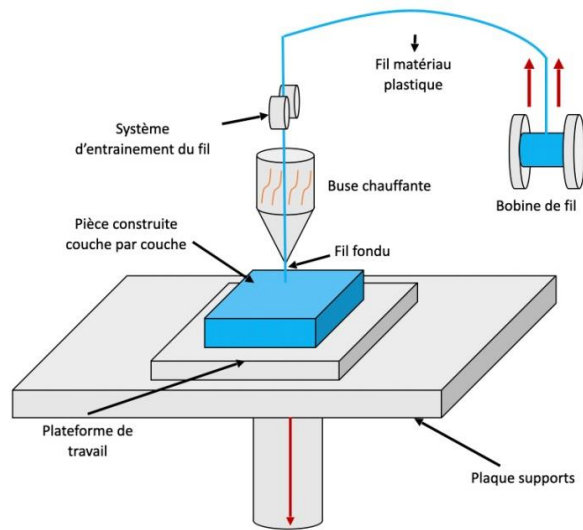


Figure 1. 6. Processus d'impression 3D.

1.4. Sandwich en nid d'abeilles conventionnelles-réentrantes

1.4.1. Généralité

Dans l'objectif d'avoir un compromis entre résistance et légèreté, l'âme en nid d'abeilles est souvent choisie pour élaborer les composites sandwichs. Toute cellule de section hexagonale est désignée par le mot « nid d'abeilles ». En 1905, le procédé de fabrication de papier kraft en nid d'abeilles a été conçu par Budwig en Allemagne [36]. La modernisation de fabrication de ces cellules a débuté vers la fin de 1930. Durant la seconde guerre mondiale, la société Martin a utilisé le papier en nid d'abeilles pour l'emballage des antennes radar. Pendant la même période, le bombardier Mosquito a été conçu et fabriqué par la société Havilland Air-plane avec des panneaux sandwichs. L'avion a présenté des performances améliorées ce qui a conduit à l'utilisation des sandwichs dans le domaine de l'aéronautique. De ce fait, le développement des matériaux composites avec différentes formes de l'âme ont enfin permis d'obtenir des sandwichs plus efficaces. La figure 1.7 illustre la géométrie d'une cellule en nid d'abeilles définie par différents paramètres ; l'épaisseur des parois notée t , la longueur des parois verticales et inclinées notées respectivement par h et l et enfin l'angle d'inclinaison des parois inclinées notée θ . Cet angle est le paramètre le plus important pour caractériser la géométrie de la structure en nid d'abeilles. Si l'angle possède une valeur positive, la structure est dite nid d'abeilles

conventionnelle. Dans le cas contraire, la structure est appelée structure en nid d'abeilles auxétique réentrante.

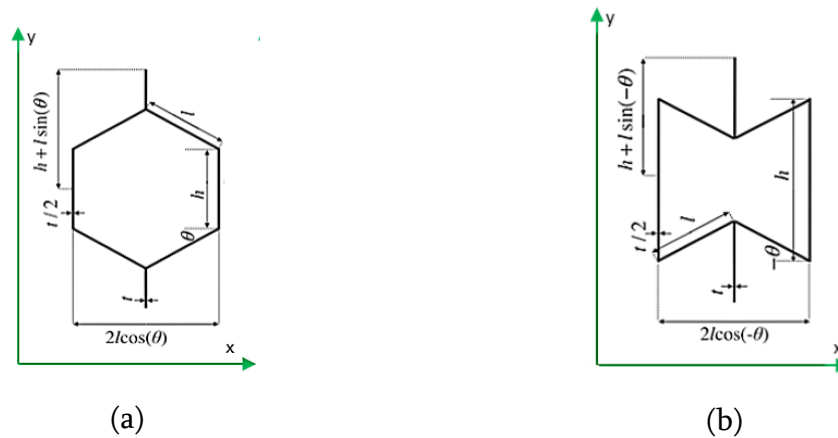


Figure 1. 7. Géométrie des cellules en nid d'abeilles et système de coordonnées utilisées dans les modèles analytiques pour les structures a) conventionnelles et b) réentrantes [37].

Cette différence de signe de l'angle rend le comportement des deux structures très différent. La forme auxétique présente un coefficient de Poisson négatif. A l'inverse des formes conventionnelles qui se rétrécissent sous des sollicitations de traction, les formes auxétiques augmentent en volume dans le sens de la sollicitation. Plusieurs recherches ont été menées pour comparer le comportement des deux structures. Le comportement en compression des sandwichs avec structure en nid d'abeilles conventionnelles et réentrantes a été étudié par Hou et al. [38]. Ils ont montré que la forme auxétique améliore le module et la résistance en compression. Cela est expliqué par le fait que le coefficient de Poisson négatif sert à absorber le déplacement dynamique maximal du sandwich.

Sparavigna [39] a étudié et comparé la dispersion phonique dans les structures auxétiques à celles dans les structures en nid d'abeilles conventionnelles. Les résultats obtenus montrent que les propriétés phoniques dans la structure auxétique sont améliorées.

1.4.2. Comportement des sandwichs à âmes auxétiques

Plusieurs études ont fait l'objet de l'analyse du comportement mécanique en statique des sandwichs à âmes auxétiques. Zhang et al. [40] ont étudié le comportement des structures auxétiques réentrantes à l'aide des essais de traction. Ils se sont intéressés à leurs lois de comportement en statique à travers les courbes contrainte/déformation. Comme prévu, ils ont confirmé l'expansion latérale du matériau lorsqu'il est sollicité dans le sens opposé (Fig. 1.8). Cette expansion indique un coefficient de Poisson négatif, jusqu'à ce que

les parois cellulaires, initialement inclinées, deviennent horizontales. Les auteurs Zhan et al. [41] ont développé une étude numérique par éléments finis du comportement des structures auxétiques. Les résultats des essais expérimentaux et des simulations numériques sont en bon accord. La figure 1.9 montre l'évolution homogène des cellules par éléments finis. Le même comportement a été montré par Alomarah et al. [42] avec des essais de compression. Tout d'abord les parois des cellules se courbent d'une manière élastique linéaire et ensuite elles subissent un grand changement de géométrie présentant un comportement non linéaire. Dans le même cadre, Li et Wang [43] ont effectué des essais de flexion en 3-points sur des composites sandwichs à âmes auxétiques réentrantes imprimés par la technique d'impression 3D. Ils ont constaté que ces matériaux ont une grande capacité à absorption de l'énergie. Quant à la rigidité en cisaillement transversal de la structure auxétique, elle a été étudiée par Lira et al. [44]. En effet, contrairement aux structures conventionnelles en nid d'abeilles, ils ont constaté que les nids d'abeilles auxétiques présentent des améliorations du rapport de rigidité au cisaillement par la masse.

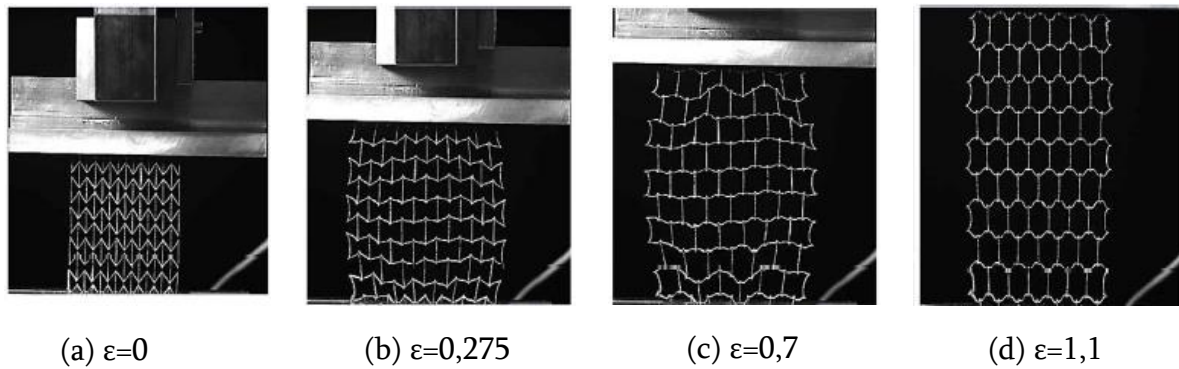


Figure 1. 8. Déformation d'une structure auxétique en traction [40].

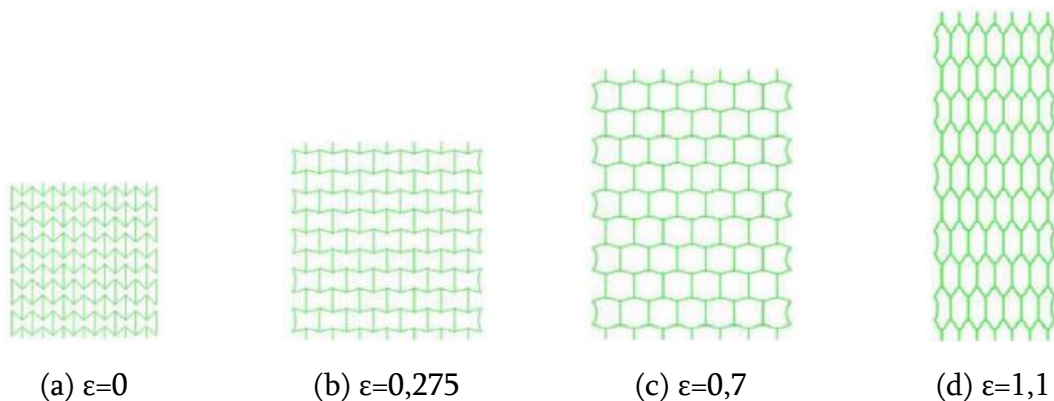


Figure 1. 9. Evolution homogène des cellules auxétique par éléments finis [41].

En mettant l'accent sur le comportement des sandwichs à âmes auxétiques en vibration, plusieurs études ont été développées. Il a été démontré par Aumjaud et al. [22] que le coefficient d'amortissement en vibration est meilleur avec ce type de structure. Streck et al. [45] ont étudié les propriétés dynamiques d'un sandwich à âmes auxétiques réentrantes. Ils ont constaté que ces propriétés sont très sensibles au gradient de l'angle de la forme auxétique. De même, Hou et al [38] ont comparé des sandwichs à âme auxétique de différentes tailles de cellules. Ils ont montré que le comportement des sandwichs en flexion est affecté par l'angle d'inclinaison des parois cellulaires. Le module de cisaillement et la rigidité en flexion sont améliorés avec le gradient d'angle.

1.5. Vieillessement des matériaux composites

Le vieillissement des matériaux est un phénomène d'évolution lente et irréversible d'une ou plusieurs propriétés à partir de leurs états de référence sous l'effet des agressions extérieures [46]. Ces agressions peuvent être des contraintes mécaniques, une température inadéquate, un taux d'humidité inapproprié ou une combinaison de plusieurs de ces causes. Suite au vieillissement, la durée de vie et les propriétés mécaniques des matériaux sont affectées [47].

Dans la suite de ce paragraphe, l'accent sera porté essentiellement sur le vieillissement des composites à constituants naturels en présence de l'eau ou de l'humidité. L'évolution de leurs propriétés mécaniques au cours du vieillissement sera mise en évidence. Mais avant de détailler cette partie, il est essentiel de comprendre l'évolution du vieillissement ainsi que les phénomènes qui peuvent avoir lieu au sein du matériau composite.

1.5.1. Cinétique de diffusion

Un matériau exposé à l'humidité ou immergé dans l'eau a tendance à absorber les molécules d'eau qui se trouvent en contact direct avec sa surface. Par la suite, ces molécules s'intègrent dans les réseaux macromoléculaires en augmentant la masse du matériau au cours du temps. La cinétique de diffusion de l'eau dépend de la nature du matériau, des paramètres de l'eau (pH, salinité, etc.) et aussi d'autres paramètres

thermodynamiques [48]. Le comportement de diffusion peut être décrit, pour les matériaux composites, par diffusion Fickienne ou diffusion non-Fickienne. Ce comportement se distingue à partir de la forme de la courbe d'absorption en fonction de la racine carrée de la durée d'immersion.

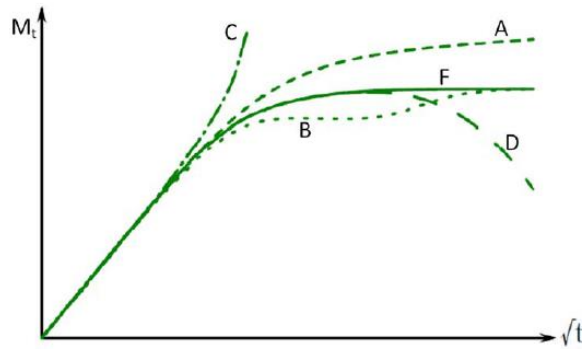


Figure 1. 10. Courbes gravimétriques d'absorption de l'eau [47] : (F) Comportement de Fick, (A) Comportement de pseudo-Fick, (B) Diffusion en deux paliers, (D) Diffusion avec endommagement chimique et (C) Diffusion avec endommagement mécanique.

La courbe F de la figure 1.10 de diffusion selon le modèle de Fick présente trois parties. Dans la première partie, l'eau absorbée par le composite augmente linéairement avec la racine carrée du temps. En deuxième partie, l'absorption ralentit avant d'atteindre la saturation. La partie linéaire de cette courbe renseigne sur la diffusivité des molécules d'eau qui dépend de leur vitesse de pénétration dans le matériau. La partie de saturation, appelée aussi plateau de saturation, montre la masse d'eau absorbée par le matériau lorsque le temps de vieillissement tend vers l'infini.

Dans le cas où la diffusion de l'eau entraîne un endommagement, la diffusion ne suit plus le modèle de Fick. Les courbes A et B de la figure 1.10 présentent un comportement diffusif sans plateau de saturation due aux anomalies de diffusion liées au matériau. La courbe A est associée à un modèle de diffusion pseudo-Fickien tandis que la courbe B présente deux paliers de saturation.

Les courbes C et D de la figure 1.10 présentent des comportements diffusifs qui caractérisent certains matériaux composites. En effet la courbe C illustre une augmentation rapide de la masse d'eau absorbée en raison d'endommagements mécaniques. Quant à la courbe D, elle présente un effet inverse avec une perte de masse d'eau absorbée à cause des endommagements chimiques.

1.5.2. Comportement de diffusion

Plusieurs études ont été effectuées pour comprendre le comportement diffusif de ces matériaux [49]. Les matériaux composites à constituants naturels sont très sensibles à l'humidité. Les molécules d'eau absorbées sont partagées entre molécules libres et autres liées [50]. Les molécules libres s'installent dans les porosités et les défauts. Les molécules liées sont absorbées par les groupes hydroxyles -OH qui se trouvent à la surface des cristallites de cellulose. C'est un mécanisme de liaison appelé « pont hydrogène » [51-52]. L'infiltration des molécules d'eau dans les fibres, comme le montre la figure 1.11, réduit la cohésion entre les microfibrilles et plastifie la matrice pectique en la transformant en gel fluide [53].

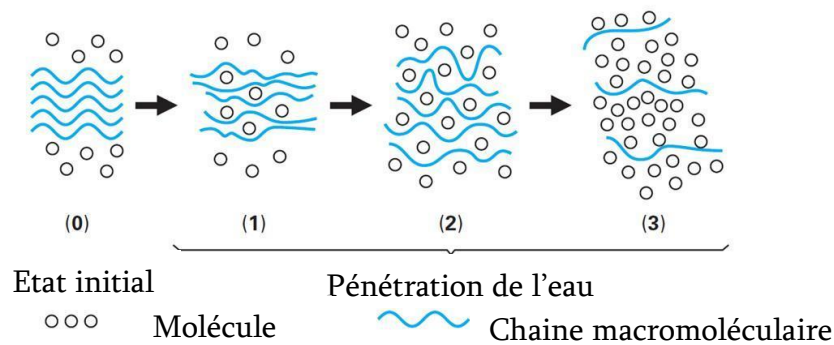


Figure 1. 11. Représentation schématique de la pénétration de l'eau dans un composite [48].

Le comportement de diffusion de l'eau par des composites à fibres de lin et résine époxy a été étudié par Assarar et al. [54]. Ils ont montré qu'il s'agit d'un comportement de diffusion selon le modèle de Fick à une température ambiante. Ils ont constaté que les composites à fibres naturelles absorbent plus d'eau que les composites à fibres synthétiques. De même, Abakar et al. [27] ont montré que l'absorption de l'eau des composites greenpoxy/lin s'effectue selon le modèle de Fick avec une saturation à environ 20%. En effet, cette absorption dépend de plusieurs paramètres, tels que la nature et l'orientation des fibres, la fraction volumique, la température, la nature de la matrice, le procédé de fabrication, etc... [55, 56]. Dans la partie qui suit, l'effet de quelques facteurs sera détaillé.

1.5.2.1. Influence de la température sur le comportement diffusif

L'effet de la température sur le vieillissement hydro-thermique d'un composite à base de propylène renforcé par quatre types de fibres naturelles a été analysé par Espert et

al. [57]. Pour trois températures choisies, les auteurs ont montré que le coefficient de diffusion varie en fonction de la température. Pour un composite de chanvre/polyester, Dhakal et al. [58] ont montré que le comportement de diffusion change en augmentant la température. A 25°C, le comportement correspond au modèle de Fick. En augmentant la température jusqu'à l'ébullition, le comportement n'est plus de type Fickien. De plus, le coefficient de diffusion et la masse à saturation augmentent avec la température. Les auteurs ont conclu que cette différence de comportement est attribuée à la création des microfissures au sein des composites ce qui augmente la vitesse de diffusion de l'eau. Le même effet a été signalé par Scida et al. [59] sur un composite lin/époxyde lors d'un vieillissement à 20°C et 40°C. À partir de ces résultats, il a été conclu qu'à la température ambiante, l'absorption de l'eau par des composites à fibres naturelles correspond bien au modèle de Fick. En augmentant la température, des endommagements liés à des mécanismes chimiques ou physique apparaissent, et dans ce cas le comportement de diffusion devient complexe [60-55].

Le tableau 1.1, cité en références [55, 57, 58, 59, 61], présente l'effet de la température sur les paramètres de diffusion de quelques matériaux composites.

Tableau 1. 1. Influence de la température du vieillissement sur les paramètres de diffusion de quelques matériaux à fibres naturelles comparés à un matériau à fibre de verre.

Matrice	Fibre	T (°C)	D (mm ² /s)	M _∞ (%)	Réf
PP	Sisal	28	3,62 10 ⁻⁸	-	[55]
		50	5,58 10 ⁻⁸	-	
		70	6,86 10 ⁻⁸	-	
PP	Coco	23	10,90 10 ⁻⁷	-	[57]
		50	39,30 10 ⁻⁷	-	
		70	111,8 10 ⁻⁷	-	
Polyester	Chanvre	25	4,36 10 ⁻³	10,97	[58]
		100	67,00 10 ⁻³	13,53	
Epoxyde	Lin	20	5,55 10 ⁻⁷	4,10	[59]
		40	10,97 10 ⁻⁷	6,94	
Polyester	Verre	23	1,10 10 ⁻⁵	3,50	[61]
		50	4,50 10 ⁻⁵	3,75	

1.5.2.2. Influence de la fraction volumique des fibres

La fraction volumique des fibres a une influence considérable sur la cinétique de diffusion comme il a été montré dans les travaux cités en références [58-59-61-62]. Ceci

est constaté par Lee et Wang [63] suite à une étude sur les bio-composites PLA/Bambou et PBS/Bambou. Il a été observé qu'en élevant la teneur en fibres, la quantité d'eau absorbée augmente avec une accélération de diffusivité. Pour le matériau composite chanvre/polyester immergé dans l'eau déminéralisée à 25°C et 100°C, étudié par Dakhal et al. [58], le résultat précédent est confirmé. Cette augmentation de l'absorption avec la teneur des fibres est associée au caractère hydrophile des fibres et à l'augmentation de la teneur en cellulose dans le matériau. De même, après des analyses faites par Arbelaiz et al. [64], il a été prouvé que l'augmentation de la teneur en fibres accroît le coefficient de diffusion. Ils ont étudié cet effet sur un composite lin/propylène, avec des fibres courtes de lin, immergé dans l'eau à 23°C.

Le tableau 1.2, cité en références [55, 64, 65] montre l'effet de la fraction volumique des fibres sur la diffusivité et la masse à la saturation de quelques composites à fibres naturelles comparées à celles à fibres de verre. Pour les composites à fibres naturelles, le coefficient de diffusion ainsi que la masse à la saturation augmentent en augmentant le taux de fibres. Contrairement, pour les composites à fibres de verre, le coefficient de diffusion ainsi que la masse à la saturation diminuent en augmentant le taux des fibres.

Tableau 1. 2. Influence de la fraction volumique des fibres sur les paramètres de diffusion de quelques matériaux à fibres naturelles comparés à un matériau à fibre de verre.

Matrice	Fibre	Taux de fibres (%)	D (mm ² /s)	M _∞ (%)	Réf
PP	Sisal	10	1,45 10 ⁻⁸	-	[55]
		20	1,97 10 ⁻⁸	-	
		30	3,62 10 ⁻⁸	-	
PP	Lin	30	1,52 10 ⁻⁷	5,92	[64]
		40	4,73 10 ⁻⁷	9,09	
		50	9,72 10 ⁻⁷	11,36	
		60	17,45 10 ⁻⁷	13,96	
Polyester	Verre	25	12,00 10 ⁻⁵	3,60	[65]
		65	1,10 10 ⁻⁵	3,50	

1.5.2.3. Autres facteurs influençant le comportement de diffusion

Autres facteurs que la température et la fraction volumique des fibres peuvent influencer le comportement d'absorption de l'eau. Le procédé de fabrication est l'un de ces facteurs. Pour le composite sisal/polyester, Sreekumar et al. [66] ont montré que pour les composites fabriqués par RTM (Resin Transfer Moulding), la masse d'eau absorbée est plus

faible par rapport aux composites fabriqués par moulage en compression. Cette dernière technique entraîne plus de contraintes internes et de porosités, ce qui favorise l'absorption de l'eau. Pour les procédés d'injection et d'empilement de films (film stacking), Le Duigou et al. [67] ont prouvé que le procédé n'a pas une influence remarquable pour un bio-composite PLA/lin immergé totalement dans l'eau de mer. La figure 1.12 montre que la saturation est atteinte plus rapidement pour les éprouvettes composites fabriquées par la technique d'empilement de films. Les auteurs ont attribué cette différence à la surface des bordures des échantillons qui est exposée à l'eau après le découpage. Dans ce cas, l'eau s'infiltre par capillarité au niveau des bordures.

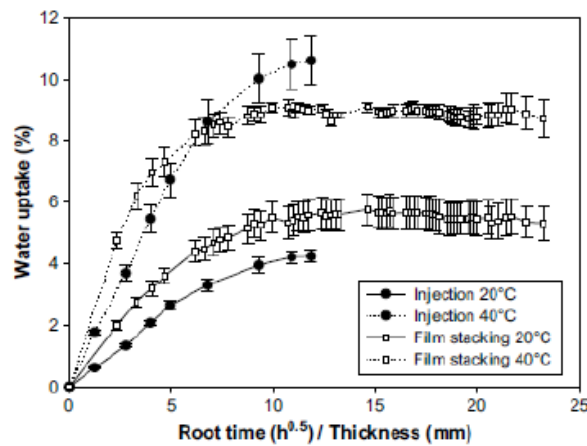


Figure 1. 12. Comportement d'absorption à 20 et 40°C des bio-composites PLA/lin fabriqués par injection et empilements de films [67].

Les traitements chimiques et physiques des fibres peuvent aussi influencer le comportement de diffusion. Alix et al. [68] ont procédé à des traitements au styrène (S) et au silane (Si) pour augmenter l'effet barrière contre l'humidité. Ces traitements sont appliqués sur un composite lin/polyester immergé dans l'eau distillée à 20°C. La diffusivité de l'eau dans les composites à fibres traitées est inférieure à celle des composites à fibres non traitées. En effet, pour le traitement au styrène, la couche de styrène appliquée présente une barrière et diminue le caractère hygroscopique des fibres.

1.5.3. Effet de l'humidité sur les propriétés mécaniques

Plusieurs études se sont focalisées sur l'analyse de l'effet de l'humidité sur les propriétés mécaniques des matériaux composites à constituants naturels [21, 54, 69]. Ces travaux ont montré que les propriétés élastiques et celles à la rupture diminuent

progressivement avec le temps d'exposition à un milieu humide. Abakar et al. [70] ont étudié l'effet du vieillissement à l'eau d'un composite lin/greenpoxy à l'aide des essais de traction statique et cyclique. Ils ont constaté une dégradation des propriétés en raison des dommages et de la plasticité induits suite à l'absorption de l'eau. Quant à Chilali et al. [71], ils ont montré le même résultat pour des composites à matrices thermoplastiques et thermodurcissables renforcées par des fibres de lin à l'aide des tests de traction monotones et cycliques. Cette dégradation est engendrée par la dégradation des fibres et l'affectation de l'interface fibre/matrice. Le comportement en statique et en dynamique des composites lin/PLA immergés dans l'eau de mer a été étudié par Le Duigou et al. [67]. Le même effet est prouvé. Les propriétés mécaniques sont réduites avec la durée d'immersion. Thwe et Liao [72] ont constaté que le module et la résistance à la traction diminuent significativement pour un composite bambou/polypropylène vieilli dans l'eau à 25°C. Cette chute des propriétés a été expliquée par la dégradation des fibres, la dissolution et la plastification de la matrice et donc le décollement de l'interface fibre/matrice. En outre, Dakhal et al. [58] ont confirmé la baisse des propriétés mécaniques d'un composite stratifié chanvre/polyester suite à l'immersion dans l'eau. Après 150 jours d'immersion, il a constaté une chute de 60% du module de Young et de 35% de la contrainte maximale. Cette dégradation a été expliquée par la chute des caractéristiques des fibres et la plastification de la matrice. De leur côté, Cheour et al. [73] ont étudié l'effet du vieillissement sur les propriétés mécaniques en vibration pour des matériaux composites lin/époxyde ainsi que la réversibilité des propriétés après séchage. Ils ont constaté que les modules de flexion diminuent et les coefficients d'amortissement augmentent en fonction de la durée d'immersion. Après séchage, les variations des modules de flexion sont irréversibles tandis que celles des coefficients d'amortissement sont réversibles. Scida et al. [59] ont étudié l'effet de l'humidité sur le comportement mécanique d'un composite à fibres de lin unidirectionnelles et sergées. Ils ont montré une diminution rapide du module de Young dès les premiers jours d'immersion. Ensuite, cette diminution devient progressive en augmentant la durée d'immersion. Après 20 jours d'immersion, le module de Young diminue de 40% pour le composite à fibres unidirectionnelles alors qu'il

diminue de 65% pour le composite à fibres sergées. Ils ont rapporté aussi que dès les premiers jours d'immersion, la déformation à la rupture augmente brutalement et atteint une valeur limite pour le composite sergé, alors qu'elle augmente progressivement pour le composite unidirectionnel. Au bout de 20 jours, cette augmentation de la déformation à la rupture peut atteindre 150% pour les sergés et 50% pour les unidirectionnels.

1.6. Modélisation du comportement diffusif et des propriétés mécaniques

La fabrication des matériaux composites ainsi que les essais expérimentaux s'avèrent longs et coûteux. De ce fait, la prédiction du comportement de ces matériaux numériquement ou analytiquement est nécessaire. D'autre part la caractérisation expérimentale n'est pas tellement évidente lorsqu'il s'agit de déterminer les propriétés d'un matériau composite vieilli par immersion dans l'eau. Plusieurs travaux ont modélisé la diffusivité de l'eau dans les composites en se basant sur le modèle de Fick [74]. La diffusion de l'eau dans le matériau crée des contraintes internes [74]. Dans le cas des matériaux composites à constituants naturels, la propriété hydrophile est très importante et donc les contraintes internes sont accentuées davantage. Par conséquent, le matériau perd ses propriétés mécaniques progressivement avec la durée d'immersion. Une prédiction précise de la diffusivité de l'eau et des contraintes hydrothermiques associées est nécessaire pour comprendre l'effet de l'exposition d'un matériau composite à un milieu humide sur le déclenchement de la défaillance. De ce fait, plusieurs études se sont intéressées à la modélisation du comportement des composites soumis à des sollicitations hydromécaniques [75, 76].

Regazzi et al. [74] ont élaboré un modèle en suivant quatre principales étapes qui sont la modélisation de la diffusion, la modélisation du gonflement hydrique, la modélisation de la dilation thermique et enfin la modélisation du comportement mécanique. Ils ont étudié un matériau composite lin/PLA vieilli à différentes conditions thermo-hydriques. Après toute une démarche de modélisation, ils ont simulé l'évolution des propriétés mécaniques et les valeurs obtenues sont bien en concordances avec celles obtenues expérimentalement.

1.7. Suivis des mécanismes d'endommagement des matériaux composites

Les endommagements créés au sein des matériaux composites par l'humidité ou par les essais mécaniques peuvent être suivis par la technique d'émission acoustique (EA) [30]. Cette technique est considérée comme une méthode de contrôle non destructif (CND) permettant de détecter et suivre l'évolution des mécanismes d'endommagement des matériaux [77]. Elle consiste à fixer deux capteurs piézoélectriques sur la surface de l'éprouvette lors des essais mécaniques afin de détecter l'énergie libérée par un endommagement et enregistrer les signaux acoustiques résultants. Les paramètres à étudier doivent être bien choisis et optimisés afin d'obtenir et classer les signaux les plus efficaces pour chaque type d'endommagement [78-79]. En association avec des observations microscopiques, les classes trouvées sont attribuées à des mécanismes d'endommagement. La méthode d'analyse à Microscope Electronique à Balayage (MEB) a été utilisée par Essassi et al. [80] et Roundi et al. [81] pour caractériser les mécanismes d'endommagement des composites. Ils ont observé des échantillons sains et endommagés pour déterminer les défauts résultant de la fabrication ainsi que ceux engendrés par les essais mécaniques.

La classification peut être faite avec plusieurs méthodes. La méthode non supervisée est largement utilisée dans la littérature [82-83-84] pour identifier et caractériser les mécanismes d'endommagement des composites. Bien qu'il existe plusieurs paramètres de classification des signaux acoustiques, l'amplitude est le paramètre le plus utilisé pour bien présenter les classes obtenues. Les mécanismes d'endommagement des composites en fibres de lin ont été identifiés dans de nombreux travaux [85-86]. Monti et al. [30] ont classé les mécanismes d'endommagement en se basant sur le paramètre amplitude. Dans le cas d'un composite lin/LPET étudié par Aslan et al. [85], les amplitudes les plus élevées ont été attribuées à la rupture des fibres. Les mécanismes d'endommagement des matériaux composites lin/époxy ont été classifiés et identifiés par Habibi et al. [86]. Le tableau 1.3 présente les résultats obtenus dans cette étude.

Tableau 1. 3. Caractéristiques des signaux acoustiques des sandwichs [86].

Mode d'endommagement	Fissuration matricielle	Décohésion fibre/matrice	Délaminage	Déchaussement-rupture des fibres
Amplitude [dB]	35-60	45-70	50-80	60-100

Les plages des intervalles d'amplitude et leurs attributions à un mécanisme d'endommagement peuvent changer selon le type des constituants du composite.

De même, les mécanismes d'endommagement des sandwichs ont été étudiés par plusieurs chercheurs [79, 87, 88]. Le sandwich à âme en nid d'abeilles a été étudié par Qispiputa et al. [89] avec des essais de traction en fatigue. Quatre modes d'endommagement ont été relevés. Ces modes ainsi que leurs caractéristiques sont regroupés dans le tableau 1.4.

Tableau 1. 4. Caractéristiques des signaux acoustiques des sandwichs [88-89].

Mode d'endommagement	Fissuration matricielle	Décohésion fibre/matrice	Délaminage	Déchaussement-rupture des fibres
Amplitude [dB]	40-60	60-80	80-90	>90
Temps de montée	Moyen	Court	Court	Long
Energie	Faible	Moyenne	Moyenne	Elevée

Chilali et al. [90] ont étudié les mécanismes d'endommagement en utilisant un essai de charge/décharge sur le lin/époxyde non vieilli et vieilli jusqu'à saturation. La figure 1.13 montre trois classes des signaux acoustiques. Ils ont montré que les événements acoustiques augmentent avec le temps de l'essai ainsi qu'avec la durée d'immersion.

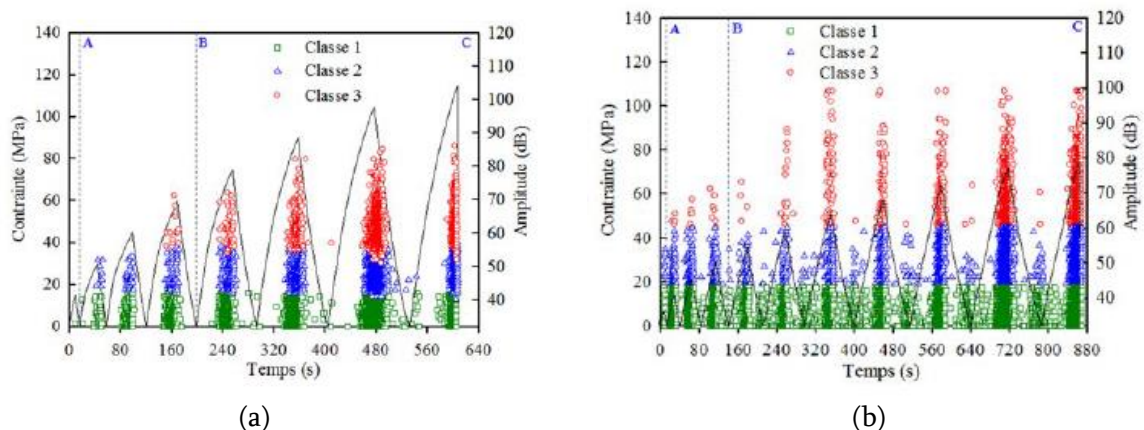


Figure 1. 13. Distribution de l'amplitude des signaux d'EA en fonction du temps de l'essai pour le : a) lin-époxyde non-vieilli et b) lin-époxyde vieilli [90].

En plus de la classification des signaux d'émission acoustique, ils ont analysé les observations microscopiques afin d'établir un lien entre les modes d'endommagement observés et les signatures acoustiques obtenues. La première classe, a été associée à trois mécanismes d'endommagement qui sont microfissures à l'interface fibre/matrice, microfissures dans les faisceaux de fibres et fissuration de la matrice. La deuxième classe est associée à la décohésion fibre/matrice et enfin la troisième classe est associée à l'arrachement et la rupture des fibres.

En conséquent, il est indispensable d'effectuer des observations microscopiques pour bien identifier les mécanismes d'endommagement.

1.8. Comportement en vibration des composites à fibres naturelles

Dans ce qui précède, les travaux analysant le comportement mécanique et les endommagements des matériaux composites ont été cités. Bien que ces travaux présentent une étape nécessaire pour le dimensionnement des structures en matériaux composites à fibres naturelles, elle peut cependant s'avérer insuffisante dans certains cas. En effet, dans le cas où le matériau est soumis à des vibrations, la prise en compte de l'amortissement intrinsèque est primordiale. Il permet de maîtriser les propriétés d'amortissement et donc éviter les vibrations indésirables. Actuellement, les fibres naturelles sont utilisées comme renforts dans les matériaux composites, non seulement pour des raisons écologiques, mais pour l'amélioration des propriétés vibratoires. Ces fibres ont une capacité importante à amortir les vibrations. De ce fait, elles sont de plus en plus utilisées dans certains domaines à savoir le domaine de l'automobile, du sport et de l'aéronautique. Ce pouvoir amortissant de ces fibres est dû essentiellement à leur structure, à leur nature viscoélastique ainsi qu'au frottement entre les différentes composantes de la fibre et l'interface fibre/matrice [91]. En l'occurrence, plusieurs travaux ont été menés sur le comportement vibratoire des matériaux composites à fibres naturelles en vibration linéaire et non-linéaire. Duc et al. [92] ont montré que les composites à fibres de lin possèdent des propriétés comparables à celles des composites à fibres de verre tout en améliorant l'amortissement. Ce pouvoir d'amortissement a été attribué aux mécanismes de frottement à l'intérieur de la fibre de lin. Dans d'autres travaux, les mêmes auteurs ont également, attribué l'augmentation de

l'amortissement à l'effet de la phase d'élaboration des fibres. En effet, le frottement intra-filaire entre les fibres élémentaires et le frottement inter-filaire contribuent tous deux à dissiper de l'énergie. L'influence d'autres facteurs sur l'amortissement des composites de fibres de lin a également été étudiée par les mêmes auteurs [93]. Ils ont découvert que la qualité de l'interface fibre/matrice a un impact considérable sur les capacités d'amortissement des composites lin/époxy. Selon ces auteurs, la qualité de l'interface favorise la dissipation de l'énergie à l'intérieur de la fibre de lin, ce qui entraîne une amélioration de l'amortissement du matériau composite. Prabhakaran et al. [94] ont étudié le comportement des composites lin/époxy et verre/époxy. Ils ont montré que l'amortissement du composite en fibres de lin a dépassé celui du composite en fibre de verre de 51%, avec un gain de masse de 33 %. Ils ont également examiné les capacités des deux composites à absorber les ondes sonores. L'absorption acoustique du composite en fibres de lin est supérieure que celle du composite en fibres de verre de 21% pour les hautes fréquences (au-dessus de 2000 Hz), alors qu'elle est de l'ordre de 25 % pour les basses fréquences (en dessous de 100 Hz). En conséquence, les composites de fibres en lin ont un pouvoir d'amortissement nettement plus élevé ainsi qu'une capacité d'absorption acoustique importante. Abakar et al. [27] ont étudié l'effet de l'humidité sur le comportement vibratoire des sandwichs et ses différents constituants. Ces auteurs ont montré que l'amortissement augmente avec l'augmentation du taux d'absorption de l'eau. Ils ont attribué cette augmentation à l'endommagement des matériaux par l'eau. Dans ce cas, le pouvoir d'amortissement des fibres naturelles et l'endommagement du matériau dû à l'absorption de l'eau s'accumulent et augmentent la dissipation de l'énergie. Cette augmentation de l'amortissement sous l'effet de l'absorption de l'eau a été montrée aussi par Cheour et al. [95] pour des composites lin/époxyde. Tous ces travaux cités précédemment ont analysé le comportement vibratoire en vibration linéaire.

Le comportement vibratoire non-linéaire des matériaux composites est étudié dans plusieurs travaux de recherche. La méthode non linéaire de résonance en vibration est une méthode de contrôle non destructif qui consiste à exciter une éprouvette par vibration et à suivre les variations des fréquences de résonance et de l'amortissement des différents

modes. En effet, l'amortissement et le décalage fréquentiel sont exploités pour le suivi et l'analyse des endommagements des matériaux composites caractérisés par une forte élasticité non-linéaire. Les endommagements au sein d'un matériau composite augmentent les non linéarités élastiques [96]. Meo et al. [97] ont utilisé cette technique pour détecter des microfissures et des endommagements invisibles dans des composites. Cette méthode est appliquée aussi par Daoud et al. [98] afin de caractériser des stratifiés élastiques et des stratifiés viscoélastiques. Ils ont fait varier l'amplitude d'excitation pour mesurer les paramètres non linéaires relatifs au décalage fréquentiel appelé paramètre non linéaire élastique et à l'amortissement appelé paramètre non linéaire dissipatif. Ils ont montré que l'augmentation des paramètres non linéaires est plus importante que celle des paramètres linéaires. Ces paramètres donnent des informations complémentaires liées au comportement des composites. Bentahar et al. [99] ont étudié les potentialités de la méthode de vibration non linéaire afin d'analyser et suivre les dommages dans des matériaux hétérogènes en bétons et en composites à base de polymère. Les constituants et la composition chimique de ces deux matériaux composites sont très différents. Ils ont montré que pour les deux matériaux, les variations de la fréquence de résonance observées en fonction du niveau d'excitation sont directement corrélées au niveau d'endommagement. Après une forte excitation des éprouvettes endommagées, ils ont observé un décalage vers les plus basses fréquences pour les deux matériaux.

D'après tous ces travaux, il a été montré que les paramètres non linéaires sont plus sensibles que les paramètres linéaires au niveau de la détection des endommagements.

1.9. Conclusion

Ce chapitre présente une synthèse bibliographique sur les matériaux composites biosourcés, les sandwichs auxétiques et le vieillissement hydrique. Son principal intérêt est de se familiariser avec tous ces notions qui seront étudiées avec plus de détails dans la suite du manuscrit. Tous d'abord, les définitions relatives aux composites biosourcés sont rappelées. Il ressort de nombreux avantages associés à leur utilisation. Ensuite, les sandwichs à âmes auxétiques réentrantes sont définies ainsi que les procédés de fabrication. Par la suite, le comportement mécanique de ces sandwichs est décrit. Après

avoir présenté les matériaux et l'intérêt de leurs utilisations dans différents domaines, l'aspect environnemental s'impose à cause de leur faible résistance à l'humidité. L'effet de l'humidité sur le comportement mécanique des matériaux composites est bien détaillé. Puis, les différents mécanismes d'endommagement des matériaux composites et les méthodes de détection de ces endommagements sont discutés. Enfin, la dernière partie présente quelques travaux de la littérature qui ont modélisé l'absorption et les propriétés mécaniques.

Le but de ce chapitre est de constituer une base de connaissances qui permettra par la suite l'analyse du comportement mécanique du composite et des sandwichs biosourcés sous l'effet de l'humidité. Les chapitres suivants seront consacrés à une étude plus approfondie du vieillissement hydrique et du comportement mécanique des matériaux étudiés via des essais mécaniques en statique, en fatigue cyclique et en vibration.

Les points importants de ce travail sont :

- fabrication additive, par impression 3D, des matériaux : « peaux composites et des sandwichs à âmes auxétiques réentrantes avec différents nombres de cellules »,
- analyse de l'absorption de l'eau par les matériaux,
- études expérimentales de l'effet de l'absorption de l'eau sur le comportement en traction statique et fatigue des peaux composites,
- études expérimentales de l'effet de l'absorption de l'eau sur le comportement en flexion 3-points en statique et en fatigue des sandwichs,
- identification et suivi des mécanismes d'endommagement des matériaux par émission acoustique,
- études expérimentales et numériques de l'effet de l'absorption de l'eau sur le comportement en vibration des matériaux.

Chapitre 2 : Matériaux et vieillissement hydrique

Résumé

Ce chapitre présente la méthodologie de sélection et choix du sandwich et de ces constituants ainsi que le comportement d'absorption de l'eau des matériaux étudiés.

La sélection des fibres, de la matrice, de l'âme des sandwichs et le procédé de mise en œuvre sont expliqués. Le choix est basé sur la nature du matériau qui doit être biosourcé et sur ses caractéristiques spécifiques intéressantes. La matrice et les fibres sélectionnées sont l'acide poly-lactique (PLA) et les fibres courtes de lin. La peau composite, l'âme et les sandwichs sont fabriquées par le même matériau PLA/lin. L'âme est choisie de forme en nid d'abeilles auxétique réentrante. Le procédé de fabrication adopté est la technique d'impression 3D.

Ensuite, la peau, l'âme et les sandwichs sont soumis à un vieillissement hydrique. Il s'agit d'immerger des échantillons dans l'eau du robinet à température ambiante et de suivre l'évolution de leurs teneurs en eau. Le comportement de diffusion de l'eau a été étudié et comparé à celui décrit par la loi de Fick. Tous les échantillons ont présenté un comportement diffusif selon le modèle de Fick.

2.1. Introduction

L'épuisement des ressources fossiles (pétrole, gaz naturel...), la hausse constante des prix du pétrole et une prise de conscience mondiale de la nécessité de limiter notre impact sur l'environnement créent un contexte favorable au développement des produits d'origine végétale. L'étude dans le domaine des composites s'oriente depuis de nombreuses années vers les matériaux biosourcés, motivée par le contexte environnemental et économique.

L'acide polylactique (PLA), en tant que matériau biosourcé, est disponible à partir de l'amidon de maïs, et son processus de production nécessite moins de ressources fossiles que les plastiques à base de pétrole [29, 100, 101, 102, 103]. De plus, le PLA a également des propriétés spécifiques élevées et aussi une compatibilité avec plusieurs fibres pour remplacer en partie les plastiques synthétiques [9]. La plupart des matériaux composites sont fabriqués avec des matrices biosourcées et des fibres végétales. Ces fibres ont apparus dans de nombreux domaines pour remplacer les fibres synthétiques comme renfort dans les matrices polymères en raison de leur propriétés spécifiques élevées, leur recyclabilité et biodégradabilité [7]. Parmi la grande famille des fibres végétales, on trouve les fibres de lin avec des propriétés mécaniques meilleures que celles des autres fibres naturelles comme les fibres de ramie et de jute. Les fibres de lin, grâce à leurs propriétés spécifiques comparables à celles des fibres de verre, sont les meilleures candidates à remplacer ces fibres synthétiques.

Les matériaux sandwichs à base de composites naturels deviennent de plus en plus attractif dans plusieurs domaines. L'âme du sandwich en nid d'abeilles est recommandée grâce à ses propriétés mécaniques importantes. En plus, les sandwichs à âme auxétique présentent des caractéristiques intéressantes surtout grâce à la quantité d'énergie qu'ils sont capables d'absorber. La fabrication d'un sandwich à âme auxétique avec des constituants 100% naturels est un défi pour les industries. Cependant, en raison de la nature hygroscopique et la biodégradabilité des fibres de lin et du PLA, des effets néfastes dus au vieillissement hydrique peuvent survenir. A partir de l'analyse bibliographique détaillée dans le chapitre 1, le vieillissement hydrique influence la durée de vie des

composites biosourcés [56, 67]. Par conséquent, il est nécessaire d'étudier leurs comportements au vieillissement hydrique. C'est le contexte de ce chapitre.

2.2. Matériaux et procédé de mise en œuvre

2.2.1. Matériaux

2.2.1.1. Les fibres de lin

Le lin est une plante 100% valorisable en allant des grains jusqu'aux résidus de la tige. Cette plante est cultivée en France. Avec l'évolution de l'agronomie, les agronomes ont pu développer cette plante avec des fibres plus résistantes afin d'être utilisées entre autres dans le domaine des composites. L'extraction des fibres de lin se fait suivant différentes phases délicates : le rouissage, le teillage et le peignage (détaillé dans le chapitre 1 paragraphe 1.2.1.2). Les fibres de lin possèdent une microstructure très particulière à l'origine de leurs bonnes propriétés spécifiques qui sont proches de celles des fibres de verre comme le montre la figure 2.1. Les fibres de lin se composent de trois parties concentriques. A l'extérieur, on distingue la première paroi primaire suivi d'une deuxième paroi secondaire constituée de trois couches (S1, S2, S3) et du centre de la fibre creux appelé le lumen (Fig. 2.2). Le lumen contribue à la circulation de l'eau et sa taille permet de déterminer la qualité et le degré de maturité de la fibre. La composition chimique des fibres de lin est décrite dans le tableau 2.1.

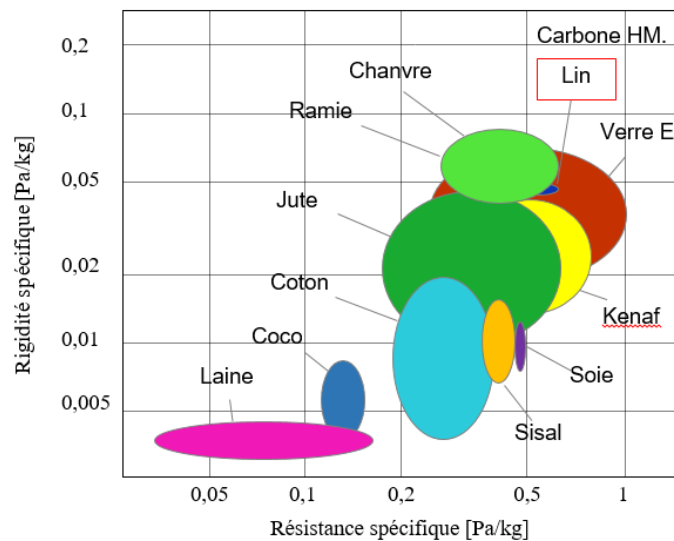


Figure 2. 1. Diagramme de choix des matériaux [29].

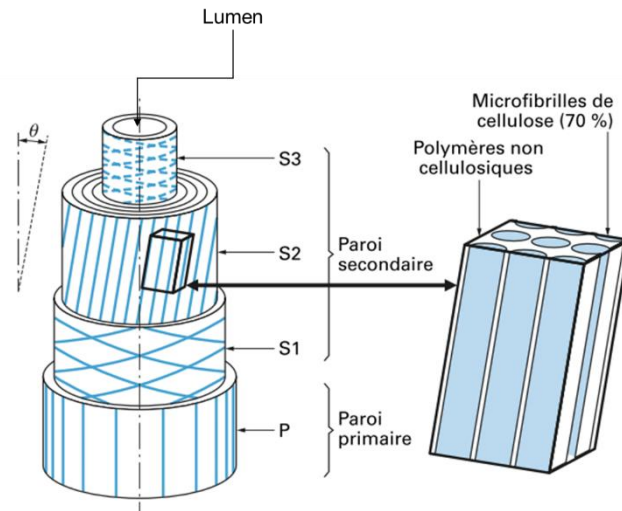


Figure 2. 2. Structure d'une fibre élémentaire [104].

Tableau 2. 1. Composition chimique de la fibre de lin [105].

Constituants	Cellulose	Hemi-cellulose	Lignine	Pectine	Cires	Solubles
Taux moyens (%)	70	17	2.5	2	1.5	6

D'autre part, les parois de la fibre sont constituées de microfibrilles de celluloses imprégnées dans une matrice d'hémicellulose. Les constituants d'une tige de lin sont bien présentés par Bos et al. [16] comme le montre la figure 2.3. En raison des procédés utilisés pour l'extraction décrite dans le chapitre bibliographie, les industriels peuvent utiliser un tissu de fibres de lin contenant plusieurs faisceaux de fibres ainsi que des fibres unitaires. Ce tissu utilisé s'appelle un tissu de fibres techniques qui sont torsadées pour obtenir des longueurs importantes.

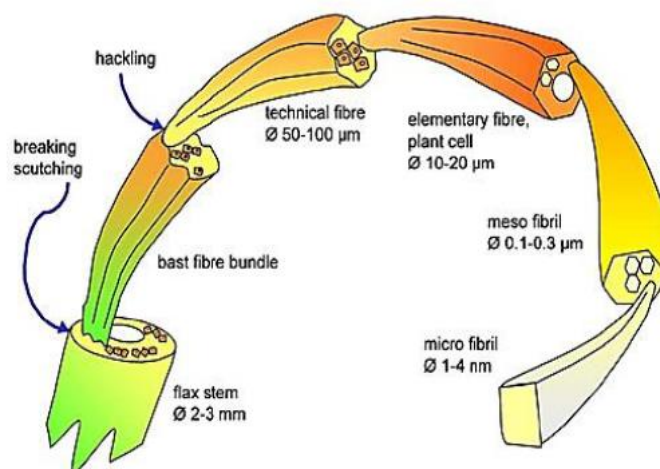


Figure 2. 3. Structure d'une tige de lin d'après Bos et al [16].

La microstructure de la fibre de lin est responsable des bonnes propriétés mécaniques de ces fibres. Le tableau suivant présente les principales propriétés des fibres de lin.

Tableau 2. 2. Propriétés des fibres de lin [106, 107].

Grandeur	ρ	E	σ_r	ϵ_r
Unité	kg.m ⁻³	GPa	MPa	%
Intervalle	1450-1550	35-75	450-2200	1,35-3,5

Les fibres de lin sont utilisées dans de nombreuses autres applications, comme la production de l'huile alimentaire, la constitution des litières animales et fabrication de textiles à usage vestimentaire.

2.2.1.2. L'acide polylactique PLA

L'acide polylactique (PLA) est un polyester aliphatique thermoplastique linéaire. Il est obtenu par la polymérisation de l'acide lactique. Donc, il est fabriqué industriellement et ne se trouve pas à l'état naturel. Le PLA est non seulement biocompatible et biodégradable, mais c'est un polyester aliphatique thermoplastique produit à partir de ressources naturelles renouvelables non fossiles par fermentation de polysaccharides ou de sucre extrait du maïs, de la pomme de terre, de la betterave à sucre, etc. Sa fabrication à partir de ces ressources naturelles avec sa biodégradabilité permettent ainsi de boucler le cycle biologique (Fig.2.4.) du PLA, ainsi que le processus de photosynthèse [108,109].

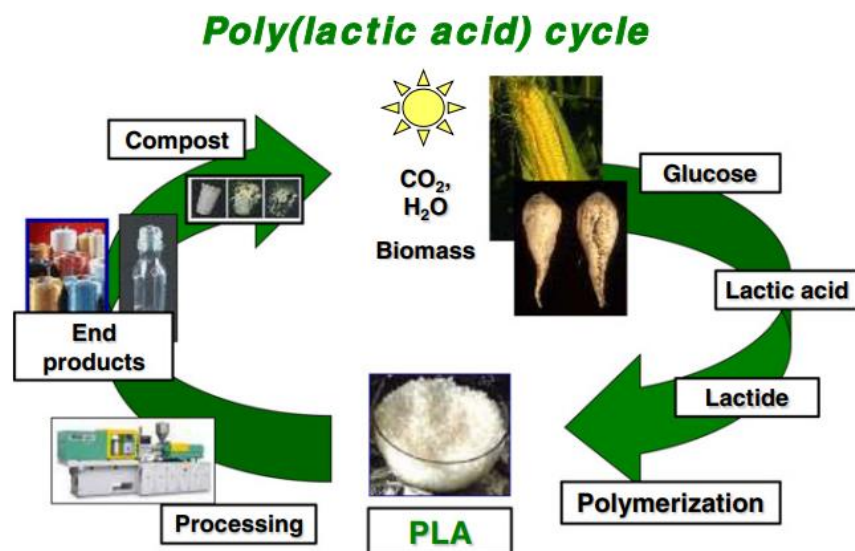


Figure 2. 4. Cycle de vie du PLA [110].

Le principal intérêt de l'utiliser est son caractère biodégradable. Face aux problèmes environnementaux et écologiques, l'utilisation du PLA comme matrice d'un matériau composite s'est développée dans plusieurs domaines. Les caractéristiques de la matrice PLA puissent effectivement jouer un rôle clé dans la détermination des performances des bio-composites.

Le tableau 2.3. présente les propriétés du PLA.

Tableau 2. 3. Propriétés du PLA [21, 111].

Grandeur	Densité	E	σ_r	ϵ_r
Unité	-	GPa	MPa	%
Intervalle	1,24-1,25	3,0-3,8	30-60	3-30

2.2.1.3. Le composite PLA/lin

De nos jours, les composites à fibres de lin ont été étudiés pour des applications industrielles. Les propriétés mécaniques en traction des composites en fibres de lin ainsi que la classification des fibres en fonction de leurs diamètres et de leurs emplacements dans la tige ont été étudié par Satyanarayana et al. [112]. Les composites à fibres naturelles possèdent un comportement mécanique très différent de celui des composites à fibres synthétiques [7, 113]. Il a été montré que les bio-composites ont des propriétés mécaniques relativement élevées avec des faibles masses. Par ailleurs, les composites en PLA renforcés avec plusieurs types de fibres ont été étudié par Oksman et al. [114]. Ils ont comparé les caractéristiques mécaniques du PLA/lin et PP/lin (Poly Propylène/lin) et ils ont montré que la résistance du PLA/lin est supérieure de 50% par rapport au PP/lin. R. Kumar et al. [115] ont prouvé la biodégradabilité du composite PLA renforcé par des fibres de lin. L'effet du vieillissement à l'eau de mer ainsi que l'effet du recyclage ont été étudié dans les travaux de Le Duigou et al. [67, 116] Ils ont trouvé que les propriétés mécaniques du PLA/lin sont similaires aux celles du PP/verre. Le PLA renforcé par des fibres de kenaf a été également étudié et sa biodégradabilité a été prouvée par Nishino et al. [117]. Le PLA a été de même utilisé avec des fibres de jute dans les travaux de Plackett et al. [118] et Hu et al. [119]. Ces résultats montrent l'existence de vides entre les fibres de jute et la matrice en PLA. En restant dans Le même contexte, le comportement d'un composite en PLA avec

des micros fibres de cellulose et des fibres de bambou a été étudié par Okubo et al. [120]. Ils ont confirmé que l'ajout des micros fibres en cellulose inhibe la croissance brusque des fissurations en développant une interphase autour des fibres de bambou. Ce dernier est utilisé aussi avec le kenaf et le coco pour des composites à matrice PLA par Yussof et al. [121].

Dans cette étude, le matériau utilisé est un rouleau de 1,75 mm de diamètre en acide poly-lactique (PLA) renforcé de fibres courtes de lin d'une densité de 1070 kg.m^{-3} et d'une fraction volumique de lin inférieure à 20%. Ce matériau est fourni par la société NANOVIÀ de Louargat France et présente les caractéristiques suivantes :

Tableau 2. 4. Caractéristiques du PLA/lin selon le fournisseur [NANOVIÀ].

Densité (g/cm^3)	Module de traction (MPa) (ISO527)	Module de flexion (MPa) (ISO178)	Déformation à la rupture (%) (ISO527)
1,07	3400	2300	2

2.2.2. Sandwich à âme auxétique réentrante

Un sandwich se compose généralement de deux semelles appelées les peaux et une couche centrale de faible densité appelée âme. L'idée principale derrière l'utilisation des sandwichs est de combiner les deux avantages de la résistance des peaux et de la légèreté de l'âme flexible et plus épaisse. Par rapport aux structures conventionnelles avec un coefficient de Poisson positif, les structures auxétiques possèdent un coefficient de Poisson négatif [122, 123, 124]. Ces dernières présentent un intérêt particulier de plusieurs chercheurs grâce à leurs propriétés d'amortissement vibratoire [125, 126, 127]. Le comportement de ce type de structures est étudié par Li et Wang [43] en flexion. Ils ont fabriqué des sandwichs à âmes en nid d'abeilles conventionnelles et d'autres à âme auxétique réentrante avec la technique d'impression 3D. Les auteurs ont montré que les sandwichs à âmes auxétiques possèdent des capacités plus élevées d'absorption d'énergie que les sandwichs à âme conventionnelle. De même Essassi et al. [128] ont utilisé l'impression 3D pour développer et caractériser des composites sandwichs à âmes auxétiques réentrantes et à constituants naturels. Ils ont montré que ces matériaux présentent de bonnes propriétés d'amortissement vibratoire et d'absorption d'énergie. Des études antécédentes sur les nids d'abeilles réentrantes par Lira et al. [129] ont prouvé

qu'avec ces structures, le rapport rigidité/masse s'améliore en le comparant à celui des nids d'abeilles conventionnels.

La forme auxétique étudiée dans ce travail est celle d'un nid d'abeilles auxétique réentrantes. Elle a été présentée pour la première fois par Gibson et Ashby en 1982 [130]. Elle se base sur la géométrie hexagonale d'une structure en nid d'abeille conventionnelle. La géométrie et les dimensions de l'âme en nid d'abeilles auxétique comportant une cellule unitaire réentrante sont illustrées dans la figure 2.5.a. La longueur des parois inclinées est présentée par « l » et celle des parois verticales par « h ». L'angle entre les parois inclinées et la direction X est « θ ». L'épaisseur de l'éprouvette suivant l'axe Z et l'épaisseur de la paroi cellulaire sont présentées respectivement par « b » et « t ». « L » et « H » sont les longueurs de la cellule suivant les axes X et Y . Toutes les dimensions sont paramétrées afin de mettre en place quatre architectures comme présenté dans la figure 2.5.b. Les éprouvettes ont la même largeur de 25 mm constituée de 1, 2, 3 et 4 de cellules élémentaires.

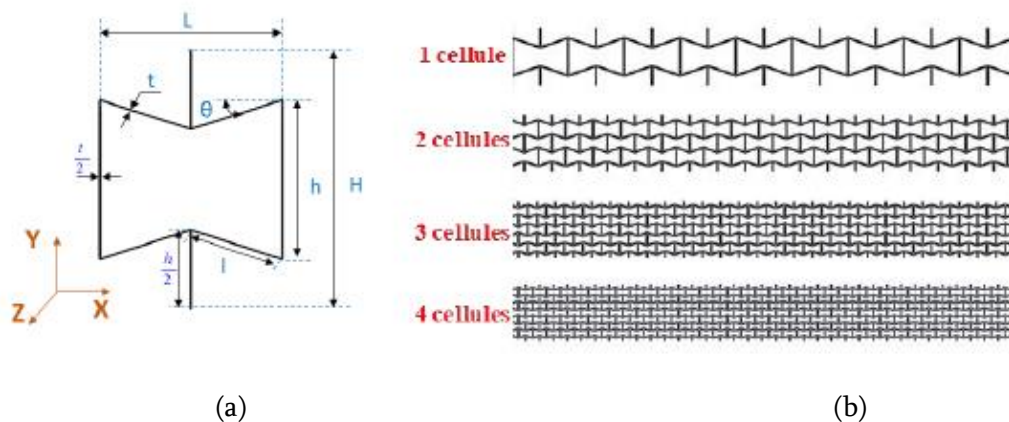


Figure 2. 5. a) Paramètres de l'âme et b) Les quatre architectures.

2.2.3. Procédé de fabrication

Les échantillons sont élaborés par un procédé de fabrication additive fonctionnant par extrusion de matière fondue (impression 3D). Il permet de développer des pièces à géométries complexes avec le moindre coût et plus rapidement que les méthodes d'élaboration conventionnelles.

Ce procédé consiste à extruder le matériau fondu couche après couche sur un plateau chauffant afin d'obtenir la forme souhaitée en minimisant les défauts de fabrication.

L'imprimante utilisée dans cette étude est le MakerBot Replicator2 (Fig. 2.6). Elle est constituée de trois principaux éléments : une bobine sur laquelle le filament de matière est enroulé, une tête d'extrusion à travers laquelle le filament passe et se fond et un plateau chauffant sur laquelle la pièce est imprimée.

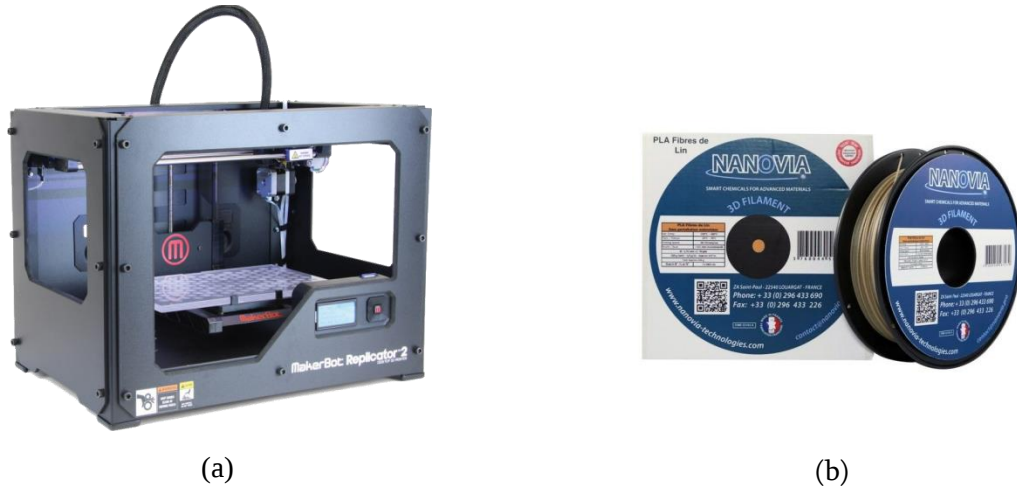


Figure 2. 6. a) Makerbot 3D et b) Bobine PLA/lin Nanovia.

Avant de lancer l'impression, la conception des peaux, des âmes auxétiques et des sandwichs est réalisée à l'aide d'un logiciel de CAO « SOLIDWORKS ». Le fichier obtenu est traduit en instruction compatible avec l'imprimante par le logiciel MakerBot. A l'aide de ce dernier, tous les paramètres d'impression sont réglés. Suite aux réglages d'impression proposés par le fournisseur du matériau, la température de la plate-forme de l'imprimante est fixée à 55°C et celle de la buse d'extrusion est fixée à 210°C. L'impression s'effectue couche après couche avec la buse qui se déplace sur les trois axes. Après chaque couche le plateau chauffant descend jusqu'à l'obtention de l'échantillon fini.

2.3. Vieillissement hydrique du sandwich et ses constituants

2.3.1. Protocole expérimental

Bien que les composites à constituants naturels soient renouvelables et recyclables, les fibres végétales présentent des propriétés mécaniques comparables à celle des fibres de verre. Cependant, elles sont sensibles à l'humidité et présentent un obstacle qui freine encore leur développement. De ce fait, il est indispensable d'étudier la cinétique de diffusion de l'eau dans ces composites à constituants naturels. Le procédé de vieillissement utilisé dans ce travail est le vieillissement hydrique. Il s'agit d'immerger totalement les

éprouvettes présentées sur la figure 2.7 dans l'eau du robinet à température ambiante. Cinq échantillons de chaque matériau ont été étudiés.

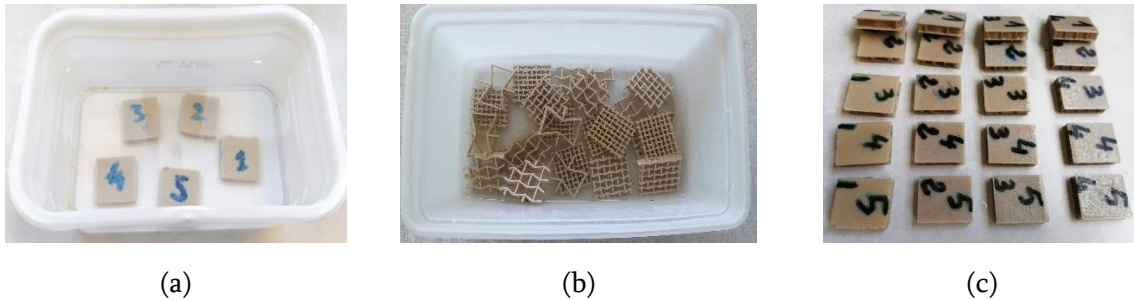


Figure 2. 7. Echantillons à immerger : a) Peau, b) Ames et c) Sandwichs

Le tableau 2.5 présente la désignation et les dimensions des échantillons. Les échantillons sont retirés du récipient périodiquement afin d'être essuyés, pesés immédiatement et remis en immersion rapidement. La pesée est faite à l'aide d'une balance avec une précision de 10^{-4} grammes de marque STARTORIUS (Fig. 2.8). Pour éviter la dispersion de mesure, cinq pesées ont été réalisées consécutivement. La moyenne de ces relevés a été ensuite enregistrée.

Tableau 2. 5. Désignation et dimensions des échantillons à immerger.

Matériaux	Désignation	Longueur (mm)	Largeur (mm)	Epaisseur (mm)
Peau	-	25	25	5
Ames avec 1 cellule auxétique	A1C	25	25	5
Ames avec 2 cellules auxétiques	A2C			
Ames avec 3 cellules auxétiques	A3C			
Ames avec 4 cellules auxétiques	A4C			
Sandwichs à âme avec 1 cellule auxétique	S1C	25	25	7
Sandwichs à âme avec 2 cellules auxétiques	S2C			
Sandwichs à âme avec 3 cellules auxétiques	S3C			
Sandwichs à âme avec 4 cellules auxétiques	S4C			



Figure 2. 8. Balance STARTORIUS.

2.3.2. Mesure d'absorption de l'eau

L'absorption de l'eau après immersion est déterminée par le pourcentage en masse d'eau absorbée défini par l'équation (2.1) suivante :

$$M_t = \frac{W_t - W_0}{W_0} \times 100 (\%) \quad (2.1)$$

Où W_0 est la masse de l'échantillon non immergé à $t = 0$ et W_t est la masse des échantillons après une durée d'immersion t donnée.

2.3.3. Modèle de diffusion de Fick

Lors de l'exposition des matériaux composites dans un environnement humide, ils absorbent les molécules d'eau qui pénètrent par la suite dans tout le volume du matériau. Cette pénétration de l'eau est régie par la loi de diffusion Fickienne. Cette loi repose sur une hypothèse supposant que le flux de l'espèce diffusante $\vec{\varphi}$ est proportionnel au gradient de la concentration C selon l'équation (2.2) :

$$\vec{\varphi} = -D. \overrightarrow{\text{grad}(C)} \quad (2.2)$$

où D est le coefficient de diffusion. En combinant l'équation (2.2) avec la loi de conservation de la masse, la seconde loi de Fick est obtenue [131] :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = -D. \overrightarrow{\text{grad}(C)} \quad (2.3)$$

Lorsqu'on se place dans l'hypothèse d'un matériau isotrope, la diffusivité est indépendante de la direction de diffusion. De même, le coefficient de diffusion est considéré comme indépendant du temps et de la concentration et est supposé homogène dans le matériau. Il est supposé aussi que le mode de diffusion est selon l'épaisseur compte tenu de la faible dimension par rapport aux autres. Sous ces hypothèses classiquement admises même pour les composites [132], la masse de l'espèce diffusante est donnée par l'équation (2.4) :

$$\frac{M_t}{M_m} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^2} \exp\left(-\frac{(2n+1)^2 \cdot \pi^2 \cdot D \cdot t}{h^2}\right) \quad (2.4)$$

où h est l'épaisseur du solide soumis à la diffusion, D le coefficient de diffusion, t le temps de diffusion, M_t la teneur en eau à l'instant t et M_m est la masse maximale de l'eau à équilibre.

Si le rapport $\frac{M_t}{M_m}$ est inférieur à 0,6, l'équation (2.4) devient :

$$\frac{M_t}{M_m} = \frac{4}{h} \times \sqrt{\frac{D \cdot t}{\pi}} \quad (2.5)$$

Si le rapport $\frac{M_t}{M_m}$ est supérieur à 0,6 l'équation (2.4) devient [133, 134] :

$$\frac{M_t}{M_m} = 1 - \exp\left(-7.3 \times \left(\frac{D \cdot t}{h^2}\right)^{0.75}\right) \quad (2.6)$$

Le coefficient de diffusion D peut être ainsi déduit de l'équation (2.6). Son expression est la suivante :

$$D = \pi \times \left(\frac{k}{4M_m}\right)^2 \quad (2.7)$$

où k est la pente de la partie linéaire de la courbe $M_t = f\left(\frac{\sqrt{t}}{h}\right)$

2.4. Résultats d'absorption

2.4.1. Absorption de l'eau par la peau

La figure 2.9 montre l'évolution de l'absorption de l'eau en fonction de la durée d'immersion. Le comportement diffusif du PLA renforcé par les fibres de lin est proche du modèle de Fick avec une prise d'eau jusqu'à saturation après une durée d'immersion d'environ d'un mois et demie. Initialement, l'eau absorbée par le composite augmente linéairement avec la racine carrée du temps puis ralentit avant d'atteindre la saturation. Ce modèle diffusif du PLA/lin est bien décrit par le modèle de diffusion de Fick. La saturation pondérale du composite est de 1,2% avec un coefficient de diffusion D de l'ordre de $4,464 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^2/\text{s}$.

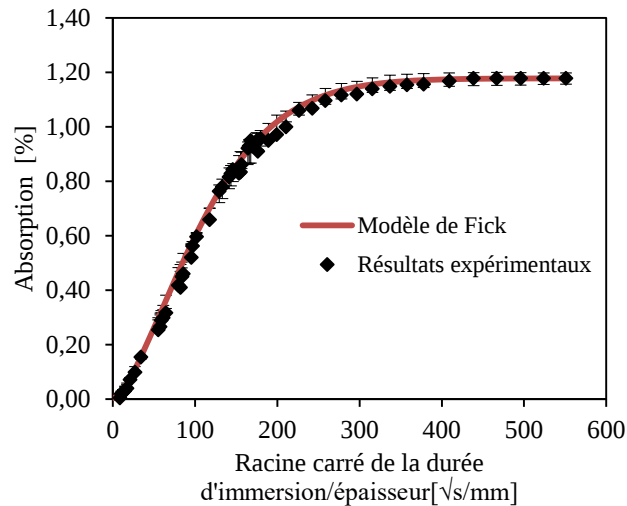


Figure 2. 9. Evolution de l'absorption de l'eau par la peau composite.

La partie linéaire de cette courbe renseigne sur la diffusivité des molécules d'eau qui dépend de la vitesse de pénétration dans le matériau. L'étape de saturation montre la masse d'eau absorbée par le matériau lorsque le temps de vieillissement tend vers l'infini. Cette étape est atteinte après 45 jours d'immersion qui correspond sur la courbe à 380 $\sqrt{s}/\text{mm}$.

Le tableau 2.6 répertorie les valeurs d'absorption de l'eau à saturation, le coefficient de diffusion et le coefficient de diffusion corrigé. Ces derniers sont calculés à l'aide des équations mentionnées précédemment.

Tableau 2. 6. Propriétés d'absorption du PLA/lin.

$M_{\infty}\%$	$D \times 10^{-6} (\text{mm}^2/\text{s})$
1,2	4,464

Dans les composites biosourcés, la diffusion de l'eau est contrôlée par trois mécanismes différents [135, 136]. Le premier mécanisme consiste à la diffusion de l'eau à travers les microcavités qui se trouvent entre les chaînes polymériques. Le deuxième mécanisme est la diffusion de l'eau par capillarité dans les défauts au niveau de l'interface fibre/matrice et les porosités. Ce mécanisme apparaît dans les matériaux composites fabriqués par des procédés autres que l'impression 3D. Ces procédés génèrent une mauvaise imprégnation des fibres par la matrice. Pour notre cas, ce deuxième mécanisme est faible car le composite est un rouleau PLA/lin prêt à l'emploi et les échantillons sont fabriqués par impression 3D. Le Duigou et al. [67] ont observé que le procédé de

fabrication n'influence pas la cinétique de diffusion de l'eau des composites biosourcés lorsqu'ils sont complètement immergés. Enfin, le troisième mécanisme est le transport de l'eau par les porosités dans la matrice. La pénétration de l'eau consiste à remplir les surfaces externes et à s'infiltrer après à l'intérieur au sein des porosités de la matrice et des fibres. Les fibres végétales sont déjà considérées comme des matériaux composites constitués de fibres de cellulose noyées dans une matrice amorphe de lignine et d'hémicellulose très hygroscopique [137, 138]. L'activité hydrophile des fibres végétales est largement due aux groupes hydroxyle -OH qui attirent l'eau. Les groupements hydroxyles sont captés par les molécules d'eau présentes à la surface des cristallites de cellulose dans les régions amorphes de la cellulose ou au niveau des hémicelluloses [139]. Les molécules d'eau se lient aux groupes hydrophiles des chaînes macromoléculaires, ce qui entraîne une mobilité moléculaire accrue. De plus, la partie creuse au centre de la fibre de lin élémentaire (lumen) contribue fortement au processus d'absorption de l'eau résultant des matériaux composites avec une capacité d'absorption de l'eau plus élevée [140]. Cela peut entraîner des dommages et des contraintes précoces, en particulier à l'interface fibres/matrice, ce qui peut potentiellement affecter les propriétés mécaniques et réduire considérablement la durabilité.

Pour le PLA, au cours de l'absorption le phénomène dominant est la densification accélérée des chaînes macromoléculaires [141]. Il a été prouvé par Vyavahare et al. [142] que l'absorption de l'eau augmente le taux de cristallisation du PLA. Par la suite, l'eau absorbée dans les composites biosourcés est constituée d'eau libre et d'eau liée [135]. L'eau libre est constituée de molécules d'eau capables de se déplacer indépendamment à travers les vides tandis que l'eau liée constitue des liaisons avec les groupes polaires du composite. Ce syndrome est généralement observé dans les régions amorphes. Le taux de cristallinité de la cellulose, rend difficile l'infiltration de l'eau [143, 144, 145].

Bien que la cellulose amorphe et la lignine soient hydrophiles, l'hémicellulose est principalement responsable de l'absorption de l'eau, ce qui est confirmé par Le Duigou et al. [146], ainsi l'absorption de l'eau des bio-composites est totalement contrôlée par les fibres de lin qui contiennent une grande quantité d'hémicellulose.

2.4.2. Absorption de l'eau par l'âme

Le suivi de l'absorption de l'eau par les éprouvettes des âmes auxétiques a été réalisé. Les quatre architectures de cellule sont étudiées en vue de déterminer l'influence du nombre de cellules sur l'absorption et donc sur la cinétique de diffusion de l'eau dans l'âme. La figure 2.10 montre l'évolution du taux d'absorption en fonction de la racine carré de la durée d'immersion rapportée à l'épaisseur de l'échantillon.

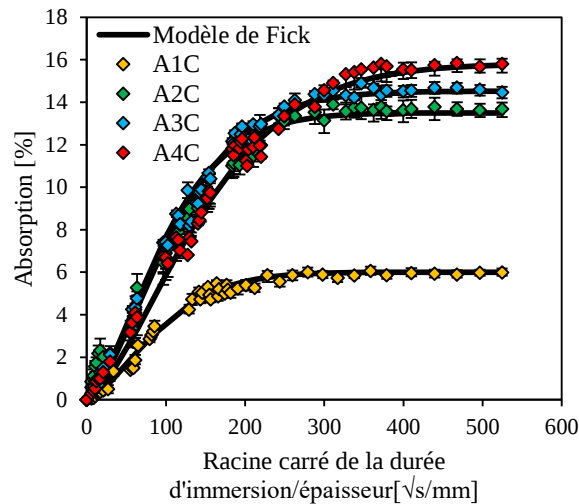


Figure 2. 10. Evolution de l'absorption de l'eau par les quatre âmes auxétiques.

Les courbes présentées sur la figure 2.10 présentent les moyennes et les écarts types des mesures des cinq échantillons pour les quatre âmes avec différents nombres de cellules. L'absorption de l'eau par l'âme suit la prédiction du modèle de Fick pour les différentes architectures. Le comportement diffusif des âmes avec 2, 3 et 4 cellules s'avère similaire avec différentes valeurs d'absorption à la saturation. Pour l'âme à une seule cellule (A1C), l'absorption augmente linéairement et au bout de cinq jours elle ralentit jusqu'à 26 jours où la saturation commence. Une des raisons qui peut expliquer le phénomène, est la faible surface de contact avec l'eau.

Le tableau 2.7 présente les niveaux ainsi que la durée de saturation pour les quatre âmes constituées de différents nombres de cellules.

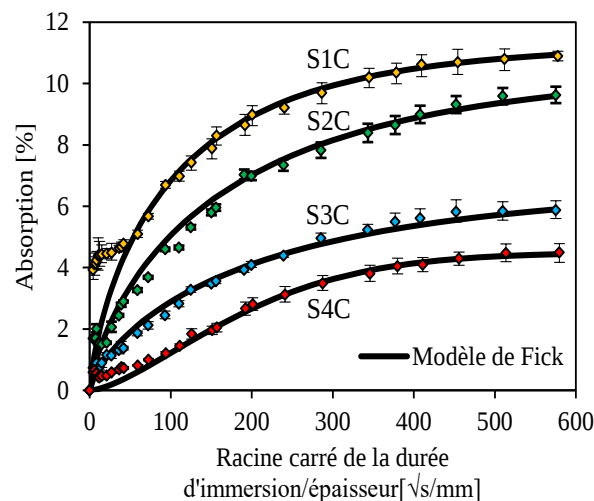
Tableau 2. 7. Valeurs à saturation des âmes.

Âme	Valeur de saturation (%)	Nombre de jours d'immersion
A1C	5,9	26
A2C	13,7	28
A3C	14,5	30
A4C	15,7	40

Compte tenu du fait que l'architecture, à plusieurs nombres de cellules, possède plus de surface de contact avec l'eau, la valeur à saturation ainsi que le coefficient de diffusion D sont élevés. En augmentant le nombre de cellules, la surface de contact augmente et le mécanisme d'absorption s'accélère. La différence du niveau de saturation peut s'expliquer par ce phénomène.

2.4.3. Absorption de l'eau par les sandwiches

Cinq échantillons de chaque type de sandwichs sont immergés et pesés afin de comparer l'effet du nombre de cellule sur l'absorption de l'eau. La figure 2.11 montre les mesures du taux d'absorption de l'eau par les sandwichs à âmes avec différents nombres de cellules dans l'âme. Les points de chaque courbe présentent la moyenne obtenue à partir des mesures des cinq échantillons immergés pendant plus de 80 jours.

**Figure 2. 11. Evolution de l'absorption de l'eau par les quatre sandwichs.**

Les résultats représentent le pourcentage d'absorption de l'eau en fonction de la racine carrée de la durée d'immersion rapportée à l'épaisseur du sandwich. L'absorption des quatre sandwichs augmente en fonction de la durée d'immersion jusqu'à la saturation.

Pour les quatre sandwiches, les courbes d'absorption augmentent aussi linéairement en fonction de la racine carrée du temps au début et ralentissent jusqu'à la saturation. Ce comportement correspond bien au comportement décrit par le modèle de Fick. L'absorption de l'eau dans les sandwiches est une combinaison entre l'absorption de la peau composite et l'absorption de l'âme. Dans notre cas, les peaux et l'âme sont constitués du même matériau composite PLA/lin. La différence des résultats des sandwiches en absorption et en saturation est due essentiellement aux nombres de cellules (1 à 4) de l'âme du sandwich. On remarque que le sandwich constitué d'une âme avec seule cellule présente le taux d'absorption le plus élevé par rapport aux autres sandwiches. Cette montée rapide peut être expliquée par la présence de l'eau emprisonnée dans les vides des cellules de l'âme et les peaux du sandwich. Il est à noter que la taille de la cellule est plus élevée dans le cas d'une âme avec une seule cellule. Pour le sandwich constitué d'une âme avec quatre cellules, le comportement diffusif est proche de celui de la peau. En effet, l'augmentation du nombre de cellules de l'âme rend le sandwich de plus en plus compact ce qui empêche la pénétration de l'eau dans le cœur de l'âme du sandwich. Le pourcentage d'absorption de l'eau par la peau est inférieur à celui absorbé par les sandwiches. Ceci est expliqué par la cristallinité rapide du PLA de la peau composite qui est compacte. Cette cristallinité empêche l'eau de pénétrer en profondeur de l'échantillon.

2.5. Conclusion

Dans ce chapitre, la méthodologie et le choix des constituants naturels du composite et du sandwich sont présentés. Aussi, le comportement diffusif du composite et des quatre sandwiches vieillis dans l'eau du robinet à température ambiante est étudié.

Parmi les grandes familles des fibres végétales et des biopolymères, les fibres de lin et le PLA sont choisies en raison de leurs propriétés spécifiques élevées. Pour réaliser des structures légères avec des propriétés mécaniques en flexion statique et dynamique élevées, le choix est orienté vers le sandwich à âme en nid d'abeilles auxétique réentrante.

Le procédé de mise en œuvre par impression 3D des constituants (peaux et âme) et des sandwiches est adopté. Ce procédé de fabrication additive permet de réaliser des architectures complexes comme l'auxétique réentrante. La cinétique de diffusion de l'eau

dans la peau, dans l'âme auxétique (1, 2, 3 et 4 cellules), ainsi que dans les sandwichs a été étudiée. Tous les échantillons ont présenté un comportement de diffusion selon le modèle de de Fick avec des taux d'absorption à la saturation différents justifiés par la surface de contact avec l'eau.

Bien que ce composite biosourcé possède des propriétés intrinsèques satisfaisantes, son exposition à un milieu humide présente un obstacle qui freine encore son utilisation massive. Ce qui justifie, l'étude de l'absorption de l'eau par un composite PLA/lin 100% biosourcé et de son effet sur le comportement mécanique. Le chapitre suivant étudie le comportement statique des peaux et des quatre sandwichs à différentes durées d'immersion.

Chapitre 3 : Effet du vieillissement hydrique sur le comportement statique

Résumé

Ce chapitre présente l'étude de l'effet du vieillissement hydrique sur le comportement statique de la peau composite en traction et des sandwichs en de flexion. Les sandwichs étudiés sont constitués de peaux composites et d'une âme en nids d'abeilles avec différents nombres de cellules réentrantes auxétiques dans la largeur des éprouvettes.

D'abord, l'effet du vieillissement hydrique sur les propriétés mécaniques de la peau composite est caractérisé par des essais de traction statique pour différentes durées d'immersion. Les résultats obtenus ont montré une diminution du module de Young et de la contrainte ainsi qu'une augmentation de la déformation résultant de la pénétration des molécules d'eau dans le matériau. Ensuite, une attention particulière est portée sur l'étude des propriétés élastiques en flexion 3-points des sandwichs non vieillis et vieillis. Les propriétés mécaniques déduites de ces essais dépendent à la fois du nombre de cellules dans l'âme et du taux d'absorption de l'eau par le matériau.

De plus, les essais réalisés sur le composite et les sandwichs sont suivis au moyen de la technique d'émission acoustique. Les résultats de cette analyse, associés à des observations microscopiques, ont permis d'identifier et de suivre les principaux mécanismes d'endommagement survenant à l'échelle du composite et des sandwichs. Quel que soit le matériau non vieilli ou vieilli, seul deux classes correspondant à deux mécanismes d'endommagement apparaissent simultanément dès le début de l'essai et leurs nombres évoluent jusqu'à la rupture totale du matériau.

3.1. Introduction

La flexion et la traction sont les deux principales modes de sollicitation des sandwichs et des peaux composites. Dans ce chapitre, l'effet du vieillissement hydrique sur le comportement des peaux composites et des sandwichs biosourcés à âmes en nids d'abeilles réentrantes a été étudié en statique sous des sollicitations de flexion et de traction. Les éprouvettes testées sont élaborées en utilisant la technique de l'impression 3D.

D'abord, la peau composite est testée en traction afin d'obtenir les propriétés mécaniques pour différentes durées d'immersion. Des observations microscopiques à l'aide du microscope électronique à balayage (MEB) sont effectuées afin d'observer les faciès de rupture et d'identifier les différents mécanismes d'endommagement. Ensuite, les sandwichs à âme avec des différents nombres de cellules sont testés en flexion 3-points pour différentes durées d'immersion. Tous ces essais de traction et de flexion statique sont instrumentés par des capteurs d'émission acoustique afin de suivre et analyser l'évolution des mécanismes d'endommagement qui peuvent apparaître pour différentes durées d'immersion.

Finalement, l'identification des mécanismes d'endommagement est réalisée à l'aide de la classification non supervisée en utilisant une technique statistique multivariable. Les signaux acoustiques détectés sont classés à l'aide de l'algorithme dit des k-moyennes.

3.2. Protocoles expérimentaux

Les éprouvettes d'essais de traction et de flexion sont élaborées par un procédé de fabrication additive (impression 3D). Ces éprouvettes sont immergées dans l'eau du robinet à température ambiante et sont sorties avant chaque essai.

3.2.1. Essai de traction

Afin de déterminer les propriétés mécaniques en statique de la peau composite, des essais de traction ont été menés suivant la norme ASTM D638 [147]. Les éprouvettes à tester ont une forme d'haltère avec une zone utile de 70 mm, une largeur de 10 mm et une épaisseur de 4 mm (Fig. 3.1.). Une machine hydraulique de traction de type INSTRON est utilisée pour l'essai avec un capteur d'effort de 10 kN et une vitesse de 1 mm/min.

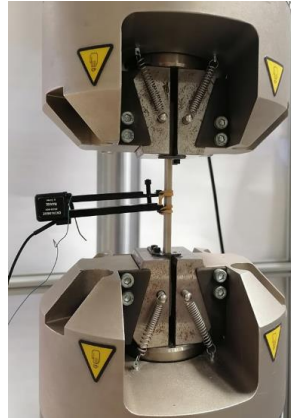


Figure 3. 1. Dispositif expérimental de la traction.

3.2.2. Essai de flexion

Les essais de flexion ont été réalisés pour étudier les propriétés mécaniques en flexion 3-points des sandwichs à âmes auxétiques réentrantes. Ils ont été effectués selon la norme ASTM C393 [148]. L'essai consiste à appliquer une charge P au milieu d'une poutre supportée par deux appuis espacés d'une distance (d) égale à 110 mm (Fig. 3.2.). La charge quasi-statique a été appliquée avec une vitesse de déplacement de 5 mm/min. Les essais ont été réalisés avec un capteur de force de 1 kN. Ils ont été menés jusqu'à la rupture des éprouvettes. Cette étude est effectuée sur quatre sandwichs et permet d'analyser l'effet du vieillissement hydrique ainsi que l'effet du nombre de cellules de l'âme auxétique sur le comportement en flexion de ces matériaux. Les éprouvettes possèdent une longueur totale de 130 mm, une largeur de 25 mm et une épaisseur de 7 mm (1 mm pour chacune des deux peaux et 5 mm pour l'âme).

Par la suite, une étude des propriétés élastiques des sandwichs a été réalisée avec des éprouvettes de longueur totale 270 mm et de mêmes épaisseur et largeur que les précédentes. Par conséquent, chaque sandwich a été testée dans sa gamme linéaire élastique, avec différentes distances entre appuis allant de 100 mm à 250 mm. Ces essais sont menés afin d'évaluer le module de Young de la peau en flexion et le module de cisaillement de l'âme en fonction de la durée du vieillissement et du nombre de cellules dans l'âme.

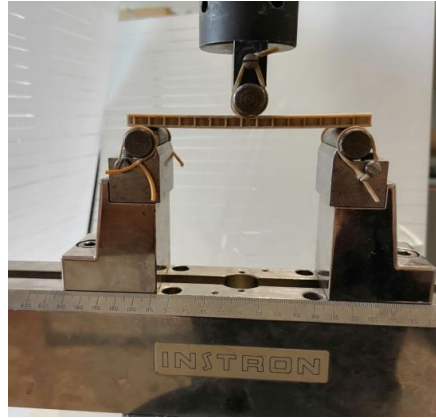
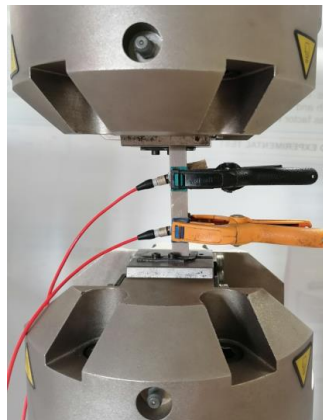


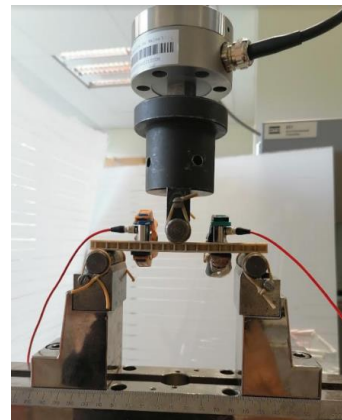
Figure 3. 2. Dispositif expérimental de la flexion 3-points.

3.2.3. Suivi par émission acoustique des essais de traction et de flexion

Afin d'identifier les mécanismes d'endommagement dans les peaux composites et les sandwichs au cours des essais de traction et de flexion, la technique d'émission acoustique a été associée à ces essais. Pour se faire, deux capteurs piézoélectriques avec une bande passante entre 100 kHz et 1 MHz ont été fixés sur les éprouvettes à l'aide de deux pinces comme le montre la figure 3.3.



(a)



(b)

Figure 3. 3. Dispositif de suivi par émission acoustique des essais de : a) traction et b) flexion.

Au cours des essais, les capteurs détectent les ondes élastiques dues à l'initiation et à la propagation des endommagements au sein des éprouvettes. L'acquisition des événements acoustiques a été réalisée par le logiciel AEWIN avec une fréquence de 5MHz. Afin d'éviter les bruits parasites et de ne pas masquer certains phénomènes, un seuil d'acquisition de 38 dB a été fixé.

Pour réaliser l'adaptation en impédance et augmenter la tension du signal pour l'amener au système d'acquisition dans de bonnes conditions, deux préamplificateurs de

gain 40 dB ont été utilisés. Le système d'acquisition nécessite également d'autres réglages préliminaires pour certains paramètres de configuration afin de définir les fenêtres temporelles d'acquisition (Fig. 3.4). Ils sont définis comme suit [149] :

- Le PDT (peak definition time) détermine le temps de montée de l'évènement acoustique. PDT=50 ms
- Le HDT (Hit Definition Time) détermine la fin de l'évènement acoustique. HDT=100 ms
- Le HLT (Hit Lock-out Time) crée un temps mort à la fin de chaque évènement acoustique afin d'exclure les réflexions tardives. HLT=200 ms.

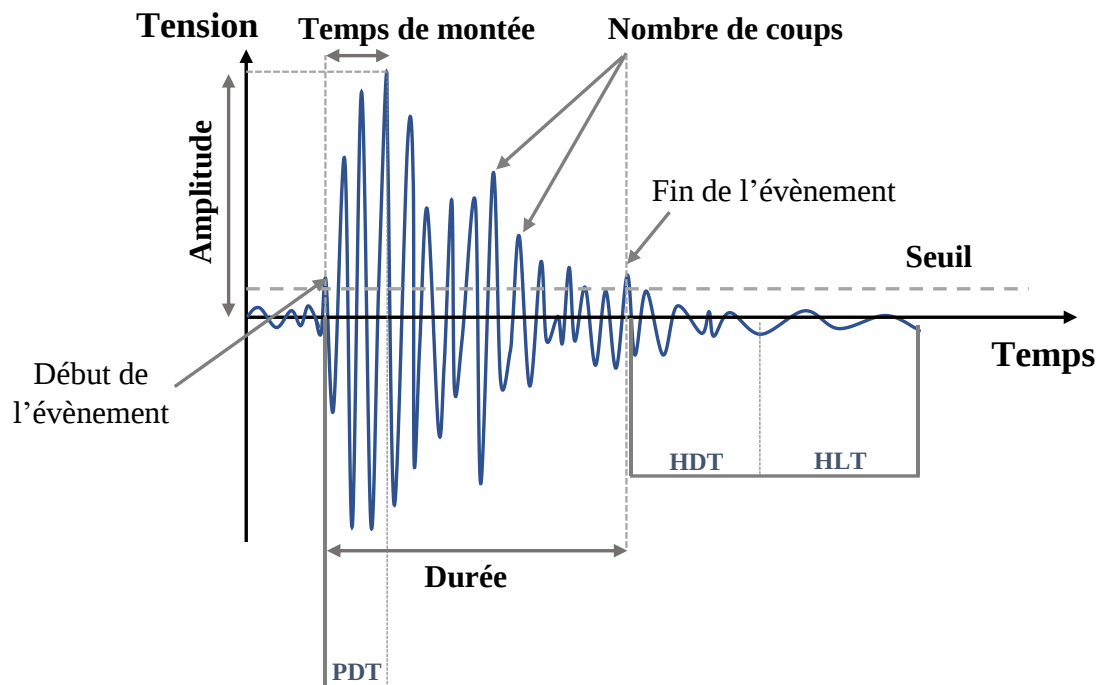


Figure 3. 4. Paramètres d'acquisition des évènements acoustiques [150].

En plus, pour s'assurer que tous les paramètres sont bien réglés et que les capteurs fonctionnent correctement, des tests de « casse mine » ont été effectués avant les essais.

A la fin de l'essai, les données acoustiques acquises ont été analysées à l'aide du logiciel NOESIS. En exploitant les travaux réalisés au sein du laboratoire [149, 150] sur les composites biosourcés, cinq paramètres temporels ont été choisis pour la classification. Ces paramètres sont : l'amplitude, le temps de montée, la durée, l'énergie absolue et le nombre de coups.

Il existe deux familles de méthode de classification : méthodes de classification supervisée et méthodes de classification non supervisée.

Les méthodes de classification supervisée consistent à attribuer chaque signal à une classe déjà enregistrée dans la bibliothèque dont il est proche. Pour ces méthodes, les classes sont déjà connues. Dans cette famille, on trouve la méthode LVQ (Learning Vector Quantization), la méthode d'analyse de Fisher ou la méthode des k-plus proches voisins.

Dans l'étude proposée ici, la classification non supervisée est utilisée en adoptant l'algorithme des k-moyens. Cette méthode consiste à séparer les données en un nombre optimal de classes. C'est une approche itérative du partitionnement des données qui minimise la variance intra-groupe, ou la somme des carrés des distances entre tous les éléments d'une classe et son centre. Toutes les données ont été normalisées pour comparer les grandeurs des descripteurs (paramètres) qui n'ont pas la même unité et pour éviter qu'un descripteur ne devienne plus significatif que les autres. Par conséquent, la transformation suivante a été appliquée sur tous les signaux acoustiques :

$$\forall i \in \Omega_p, p \in \Delta: z_i = \frac{x_i - m_{x_p}}{\sigma_{x_p}} \quad (3.1)$$

Avec : Ω_p est l'ensemble des données, Δ est l'ensemble de classificateurs, x_i est le signal de l'événement i , m_{x_p} est la moyenne de Ω_p et σ_{x_p} est l'écart type de Δ .

Par la suite, l'algorithme des k-moyens peut être utilisé. Initialement, une segmentation aléatoire a été appliquée avec une distance Euclidienne bien choisie [151,152]. Ensuite, l'algorithme a été appliqué plusieurs fois par des séquences de 1000 itérations en faisant varier les classes de 2 à 5. À chaque étape, le coefficient de Davies et Bouldin [153] a été calculé par l'équation (3.2) :

$$R_{ij}(D\&B) = \frac{1}{K} \sum_{i=1}^n \max_i \left(\frac{d_i + d_j}{d_{ij}} \right) \quad (3.2)$$

où K est le nombre de classes, 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 . La plus faible valeur de ce coefficient nous renseigne sur le nombre de classe optimal.

Afin d'identifier les mécanismes d'endommagement survenant pendant les essais et de les attribuer à des signatures acoustiques, des observations micrographiques sur les faciès de

rupture ont été effectuées en utilisant un microscope électronique à balayage (MEB). Des petits échantillons récupérés des éprouvettes testées (dimension 1 x 1 cm²) ont été préparés délicatement pour ne pas endommager les faciès de rupture. Le principe du MEB consiste à émettre un faisceau d'électrons fin par un canon à électrons et des lentilles électromagnétiques permettent de focaliser le faisceau d'électrons sur l'échantillon. L'interaction entre les électrons et l'échantillon provoque la formation d'électrons secondaires de plus faible énergie. Ils sont amplifiés puis détectés et convertis en un signal électrique. Ce processus est réalisé en chaque point de l'échantillon par un balayage du microscope. L'ensemble des signaux permet de reconstruire la typographie de l'échantillon et de fournir une image en relief. Pour cela, la surface des échantillons à étudier est couverte par une fine couche d'or pour la rendre conductrice.

3.3. Effet du vieillissement hydrique sur le comportement statique de la peau

3.3.1. Caractérisation en traction statique

Le but de cette étude est d'analyser l'effet du vieillissement sur le comportement statique en traction des peaux. La figure 3.5 présente les courbes contrainte/déformation de 5 échantillons au moins pour chaque durée d'immersion. Les résultats de ces essais permettent de déterminer le module d'élasticité, la contrainte et la déformation ultimes de traction des éprouvettes. Le module d'élasticité est calculé dans une petite portion de la partie linéaire de la courbe contrainte/déformation. Dans cette analyse, des éprouvettes avec plusieurs durées d'immersion ont été testées. A titre d'illustration, seuls les résultats de quatre durées sont présentés (non vieilli et vieilli 3, 30 et 45 jours) couvrant tout le domaine d'absorption (Fig. 2.9.). Le comportement mécanique de ces matériaux présente une partie élastique qui correspond à la partie linéaire de la courbe. Par la suite, les courbes montrent une réponse non-linéaire qui peut être attribuée à la déformation plastique de la matrice et à l'endommagement au niveau de l'interface fibre/matrice. Nous constatons que les parties élastiques linéaires des courbes sont bien superposées pour chaque durée de vieillissement. La partie non-linéaire diminue lorsque la durée du vieillissement augmente. Ainsi, la durée de vieillissement tend à diminuer la ductilité du

composite. Les propriétés à la rupture présentent une dispersion qui reste faible et qui est de l'ordre de moins de 5%.

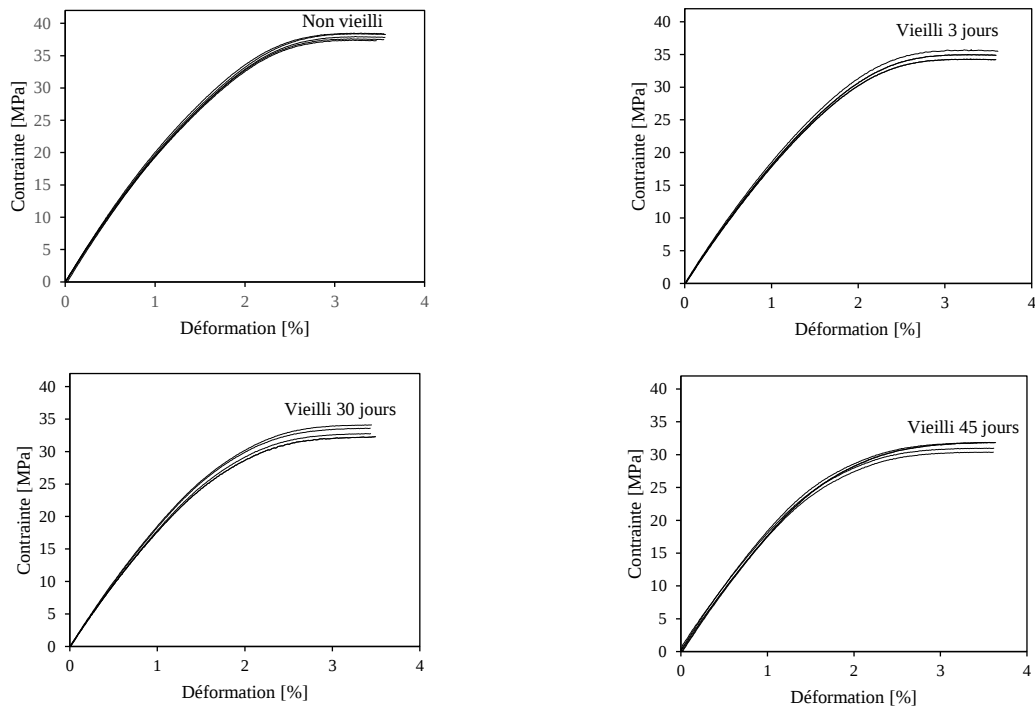


Figure 3. 5. Courbes contrainte/déformation pour différentes durées d'immersion.

La figure 3.6 rassemble les courbes moyennes contrainte/déformation pour les différentes durées d'absorption. Elle met en évidence l'effet de l'absorption de l'eau sur le comportement mécanique en traction de la peau composite.

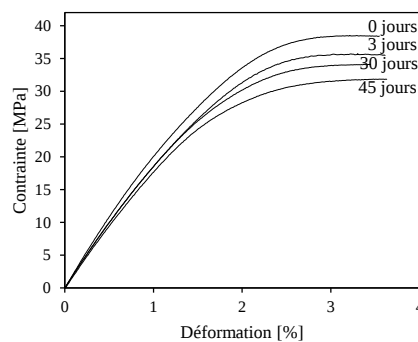


Figure 3. 6. Courbes contrainte/déformation pour les quatre durées d'immersion.

On remarque que la pente de la courbe diminue lorsque le temps d'immersion augmente. Les caractéristiques mécaniques calculées pour les différentes durées d'immersion (11 durées : 0, 1, 5, 8 heures et 1, 3, 6, 10, 20, 30, 45 jours) sont présentées dans la figure 3.7.

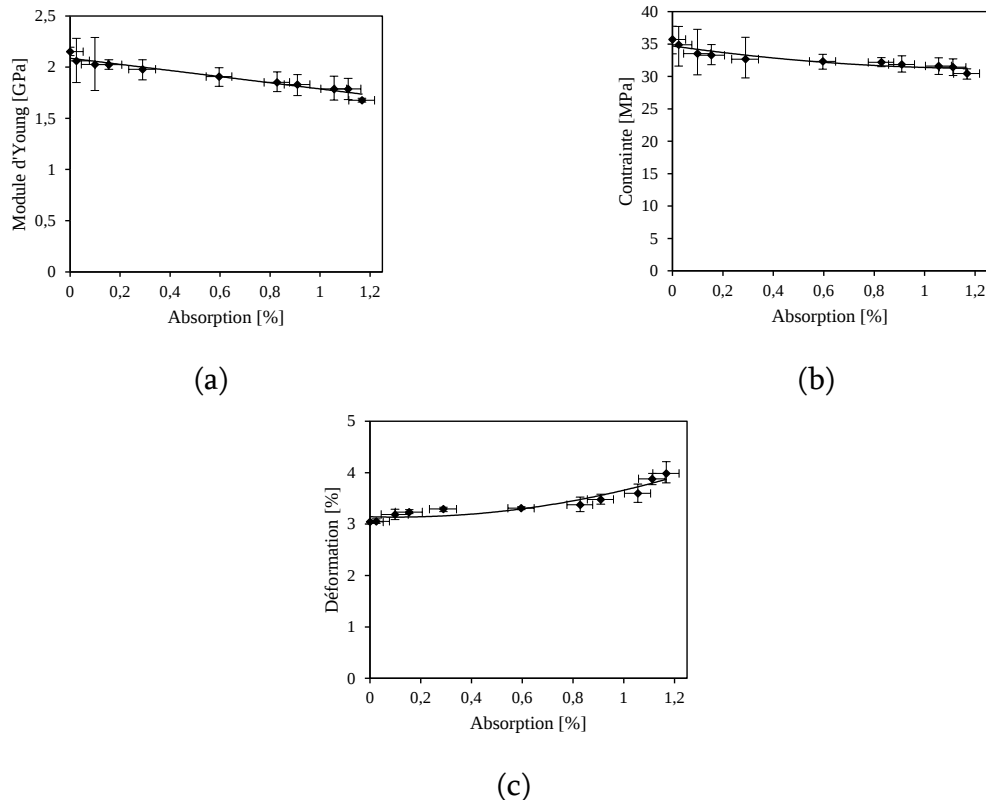


Figure 3. 7. Evolution des propriétés statiques en fonction de l'absorption : a) Module de Young, b) Contrainte et c) Déformation.

La figure 3.7.a présente une diminution du module de Young en fonction du taux de l'absorption. La peau composite non vieilli a la valeur la plus élevée du module d'élasticité qui est de l'ordre de 2,2 GPa. Après immersion de 45 jours, où le composite est saturé en eau, le module diminue jusqu'à 1,7 GPa. De même, la contrainte décroît et passe de 38 MPa pour le matériau non vieilli à 30 MPa pour le matériau saturé (Fig. 3.7.b). Par contre, la déformation augmente en fonction du taux d'absorption de l'eau de 3 à 4% (Fig. 3.7.c). Ce comportement montre que les caractéristiques mécaniques sont inévitablement affectées par l'absorption de l'eau.

La diminution du module d'élasticité et de la contrainte ainsi que l'augmentation de la déformation résultent de la pénétration des molécules d'eau dans le matériau et par la suite la plastification de ce dernier. Ce phénomène de plastification rend le matériau plus ductile [67, 146, 154]. Methacanon et al. [155] ont attribué ce comportement à l'effet lubrifiant des molécules d'eau causé par le glissement des fibres lors de l'essai de traction qui engendre la lubrification des surfaces de contact entre ces composants. Des travaux antérieurs ont montré les mêmes types d'évolutions sur d'autres matériaux composites

biosourcés renforcés par des fibres végétales comme le lin [67,146], le bambou [50], le sisal [55], le chanvre [58] et le jute, [156, 157]. En effet, Le Duigou et al. [146] ont constaté une baisse d'environ 40% du module de Young et de la contrainte à la rupture des composites à matrice acide polylactique (PLA) renforcée par des fibres de lin dès les premiers jours d'immersion dans l'eau de mer à 20°C. Cette baisse constatée avec l'augmentation du taux d'absorption de l'eau est due à la nature hydrophile des fibres de lin et du PLA d'une part et à l'interface fibre/matrice d'autre part. En effet, la structure de la fibre de lin avec le lumen facilite l'absorption de l'eau. Aussi, les différentes couches concentriques de la fibre offrent plusieurs zones de transition et affaiblissent les interfaces intra-fibres [141, 145, 158, 159, 160]. D'autre part, l'absorption de l'eau par le composite peut engendrer des concentrations de contraintes à l'interface fibre/matrice à cause de la variation du volume des fibres. Ce phénomène provoque une mauvaise transition de charge entre la matrice et les fibres et donc une baisse des propriétés mécaniques du matériau composite [141]. L'augmentation de la déformation à la rupture en fonction de la durée d'immersion est due principalement à la plastification du composite [50]. De plus, les fibres de lin deviennent de plus en plus ductiles en présence de l'eau ce qui est expliqué par la coupure des chaînes macromoléculaires de cellulose [48].

3.3.2. Résultats de la classification par émission acoustique

3.3.2.1. Analyse et caractérisation des classes

A l'issue des essais, les données d'EA ont été traitées avec le logiciel NOESIS selon la méthode décrite au paragraphe 3.2.3. Deux classes d'événements acoustiques ont été identifiées dans pratiquement toutes les éprouvettes. Les résultats obtenus ont été décrits en analysant ces classes dans le plan amplitude/temps. De plus, la chronologie et l'évolution des différentes classes ont été étudiées au moyen du suivi du nombre de coups cumulés en fonction du temps. 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 [161]. Afin de mettre en évidence l'effet de l'absorption sur l'évolution des mécanismes d'endommagement, plusieurs durées d'immersion ont été considérées. A titre d'exemple, seuls les résultats

obtenus dans des éprouvettes non vieilles et vieilles à 3, 10, 30 et 60 jours sont présentés dans ce paragraphe.

La figure 3.8. présente les résultats d'analyse des données d'émission acoustiques. La figure 3.8.(a) montre que les signaux obtenus lors des essais de traction possèdent des amplitudes entre 38 et 75 dB. Pour les différentes durées d'immersion, deux classes acoustiques notées 1 et 2 sont mises en évidence. Lors des essais, la multiplication et la propagation des endommagements dépendent de la charge appliquée qui augmente jusqu'à la rupture où les événements acoustiques augmentent considérablement. Les classes 1 et 2 ont des amplitudes comprises respectivement entre [38dB, 50dB] et [50dB, 75dB] respectivement. Pour les éprouvettes non immergées, les premiers événements acoustiques ne sont détectés qu'après un certain temps d'essai. Par contre, les éprouvettes qui ont été immergées, les premiers événements détectés sont très importants dès le début de l'essai. La détection immédiate d'événements dans ce cas est expliquée par la pénétration des molécules d'eau dans la structure du matériau fragilisant ainsi le matériau.

La figure 3.8.(b) présente la chronologie d'apparition des événements acoustiques. La classe 1 présente un nombre d'événements plus élevé par rapport la classe 2. On remarque aussi qu'en augmentant la durée d'immersion, le nombre d'événements augmente. Il est de l'ordre de 600 pour une éprouvette non immergée pour atteindre un nombre de l'ordre 1400 événements pour une éprouvette immergée pendant 60 jours. Cette augmentation indique que des endommagements sont plus précoces dans le matériau vieilli, par rapport au matériau non vieilli. Ce résultat peut expliquer ainsi les pertes importantes des propriétés mécaniques du matériau vieilli observées précédemment.

Même si les classes ne sont pas bien séparées dans les figures donnant l'amplitude/temps, la projection dans le plan de deux composantes principales de poids le plus fort (Fig. 3.8.c) permet de mettre en évidence la séparation entre les deux classes à l'issue de la classification.

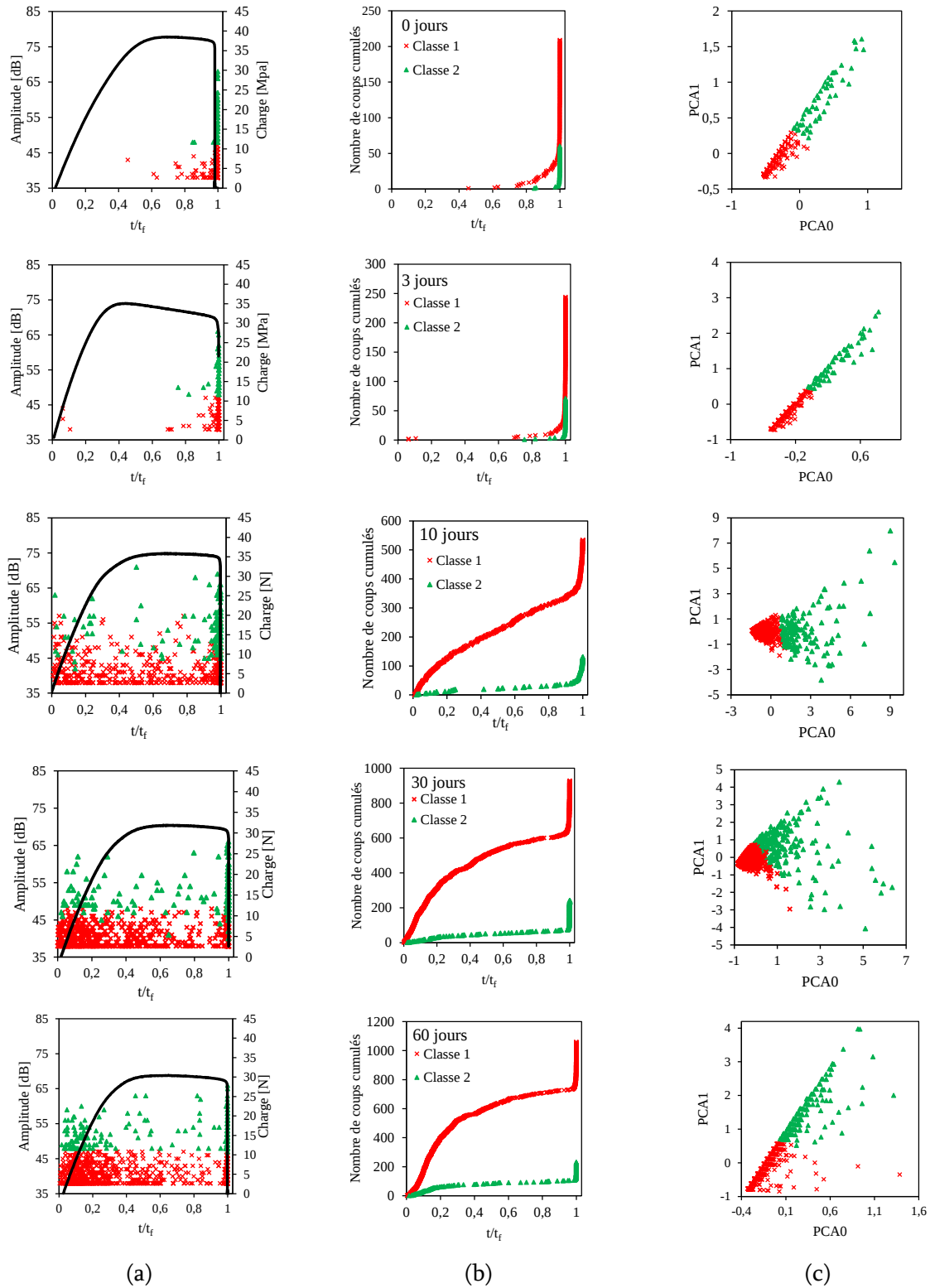


Figure 3. 8. Analyse des données d'émission acoustiques pour différentes durées d'immersion (non vieilli et vieilli 3, 10, 30, 60 jours) : a) Représentation des évènements en Amplitude/Temps, b) Chronologie d'apparition et évolution du nombre de classes et c) Analyse en composantes principales.

Les caractéristiques moyennes des cinq paramètres choisis pour la classification ont été comparées pour les différentes durées d'immersion (Fig. 3.9). Il ressort de cette comparaison que l'amplitude et l'énergie absolue sont les deux paramètres séparateurs pour la première classe alors que pour la classe 2, c'est l'énergie absolue est le principal séparateur.

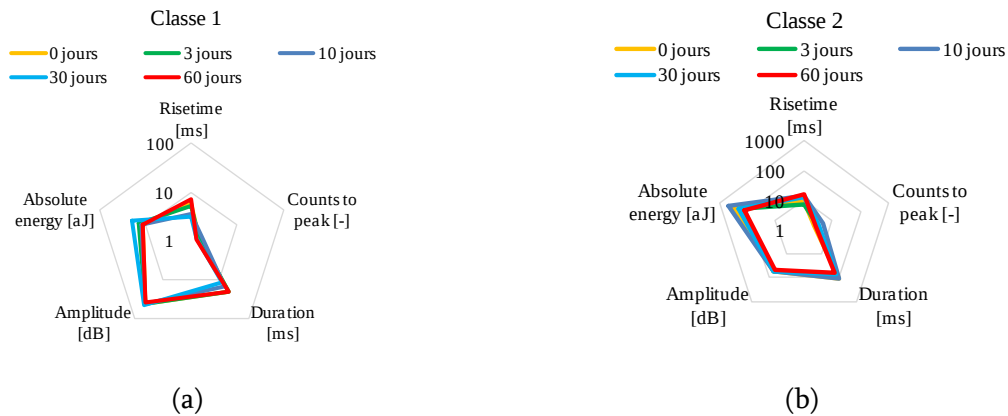


Figure 3. 9. Caractéristiques moyennes obtenues pour les différentes durées d'immersion de la : a) classe 1 et b) classe 2.

La signature acoustique de la classe 1 est caractérisée aussi par une durée courte des évènements, une énergie relativement basse et un faible temps de montée.

3.3.2.2. Attribution des classes d'EA aux mécanismes d'endommagement

Le suivi des événements acoustiques par EA a été associé à des observations microscopiques en utilisant le microscope électronique à balayage (MEB).

La figure 3.10 présente les observations des faciès de rupture obtenus en traction d'une éprouvette non vieillie et d'une éprouvette vieillie jusqu'à saturation. Les photos de cette figure montrent de nombreux mécanismes d'endommagement. En synthétisant les différentes analyses effectuées à savoir les résultats de l'EA et des observations avec le MEB, il est possible de proposer une attribution des mécanismes d'endommagement aux différentes classes d'EA obtenues. Quelle que soit le matériau non vieilli ou vieilli, les classes 1 et 2 apparaissent simultanément dès le début de l'essai et le nombre des événements évoluent jusqu'à la rupture de l'éprouvette. On peut, par exemple, trouver dans les deux peaux composites (non vieilles et vieilles) des fissures dans la matrice PLA (label 1) correspondant à l'amorçage des dommages. La classe 1 présente une amplitude et une énergie inférieure à celle de la classes 2. D'après la littérature, ce type de signal

correspond à la fissuration matricielle. Il est également observé la présence des décohésions entre de la matrice et les fibres (label 2), qui peut correspondre à une propagation apparente des endommagements au cours des essais. Ce type d'endommagement peut être attribué à la deuxième classe qui est la décohésion fibre/matrice. D'après la littérature, une amplitude des signaux acoustiques entre 38 et 50 dB correspond à la fissuration matricielle et une amplitude entre 45 et 75 dB correspond à la décohésion fibre/matrice.

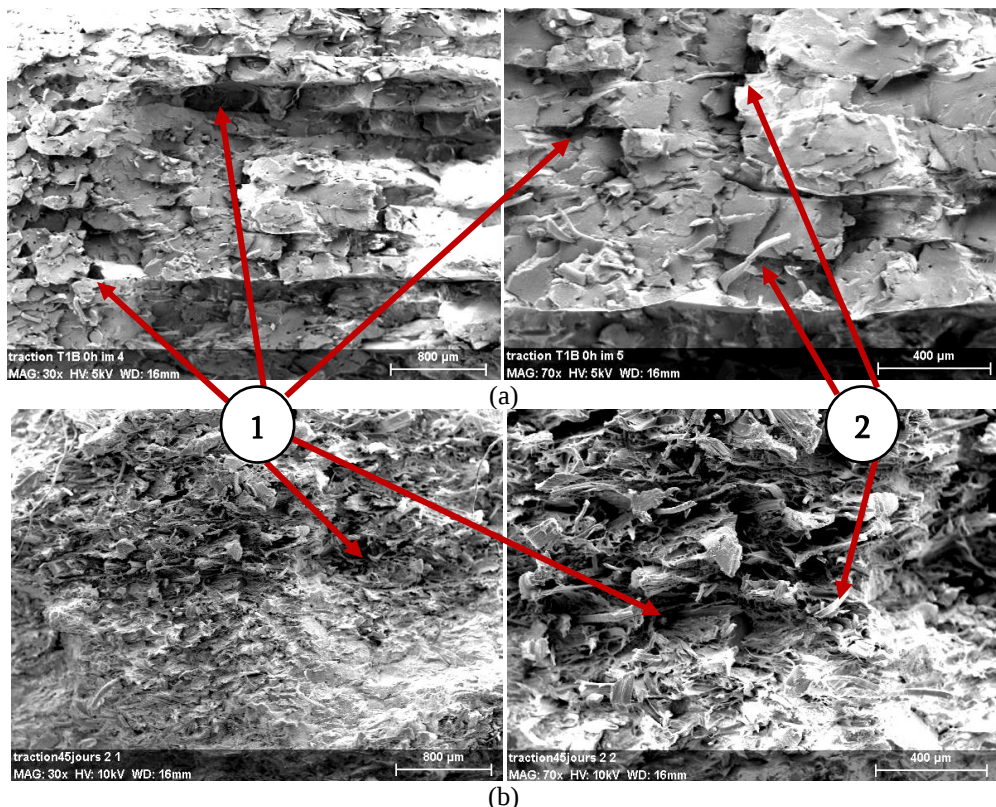


Figure 3. 10. Observations microscopiques d'une éprouvette : a) non vieillie et b) vieillie jusqu'à saturation.

3.4. Effet du vieillissement hydrique sur le comportement statique des sandwichs

3.4.1. Caractérisation en flexion 3-points statique

L'effet du vieillissement sur le comportement des sandwichs est déterminé suite à la caractérisation des propriétés mécaniques par des essais de flexion 3-points des éprouvettes non vieilles et vieilles à différentes durées d'immersion.

A titre d'illustration, la figure 3.11. présente les courbes force/déplacement pour les quatre sandwichs et pour quatre durées d'immersion (non vieilli et vieilli 10, 30 et 40 jours). Sur ces courbes, nous observons le comportement classique [162] des sandwichs à âmes en nids d'abeilles : d'abord un comportement élastique linéaire jusqu'à un

déplacement de l'ordre de 5 mm, puis un comportement non linéaire où la rigidité diminue progressivement, la courbe tendant vers un plateau jusqu'à la rupture finale de l'éprouvette. La comparaison des courbes obtenues pour les quatre sandwichs montre une rigidité plus élevée du sandwich à âme avec quatre cellules (S4C), ainsi qu'une force maximale plus élevée associée à un déplacement à la rupture légèrement plus faible. Nous observons que les courbes pour les différentes durées de vieillissement sont semblables avec une valeur maximale supérieure pour le sandwich non vieilli. La force maximale et la rigidité diminuent lorsque la durée d'immersion augmente.

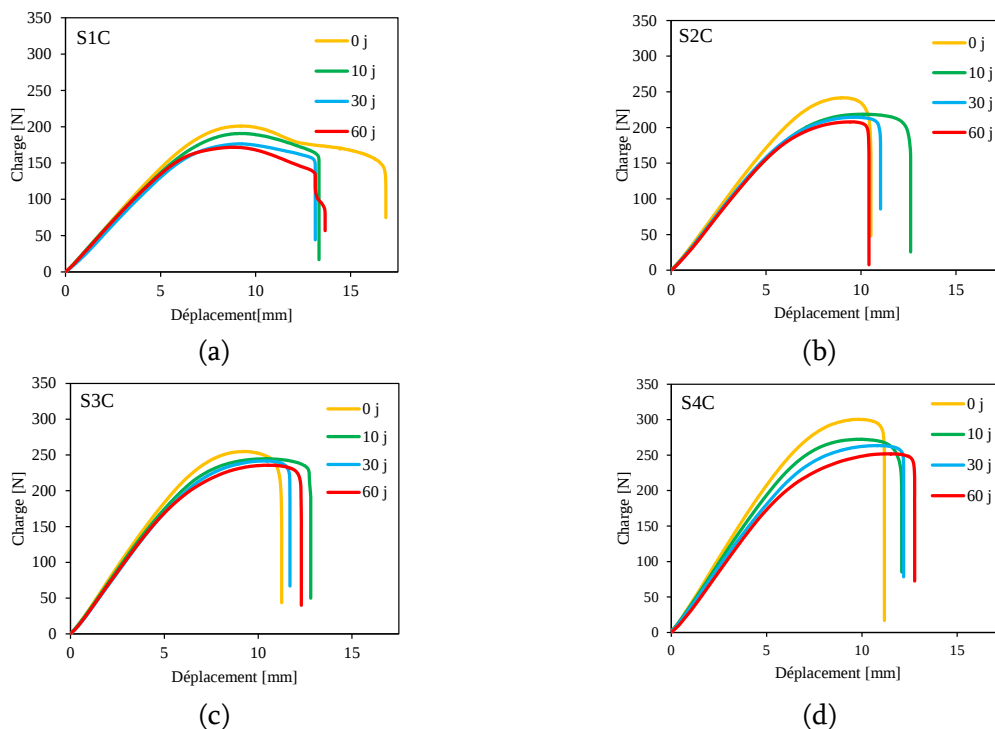


Figure 3. 11. Force/déplacement pour différentes durées d'immersion des sandwichs à âme avec : a) 1 cellule, b) 2 cellules, c) 3 cellules et d) 4 cellules.

3.4.2. Etude du comportement élastique

Les quatre sandwichs ont été sollicités en flexion 3-point dans leurs domaines élastiques en faisant varier la distance entre appuis afin de déterminer les caractéristiques élastiques des constituants à savoir les modules de cisaillement G_a et les modules de Young des peaux E_p .

3.4.2.1. Rigidités équivalentes

Pour le calcul des rigidités équivalentes, une méthode de variation des distances entre appuis peut être utilisée pour la flexion 3-point. L'équation (3.3) données dans les

travaux d'Essassi et al. [162], représente de la charge appliquée P en fonction de la flèche W pour une distance entre appuis d :

$$\frac{W}{P} = \frac{d^3}{48D} + \frac{d}{4N} \quad (3.3)$$

Où D est la rigidité équivalente en flexion et N est la rigidité équivalente en cisaillement.

Ainsi, en faisant varier la distance entre appuis d et en écrivant l'équation 3.3 sous la forme :

$$\frac{W}{Pd} = \frac{d^2}{48D} + \frac{1}{4N} \quad (3.4)$$

Le tracé de $W/(Pd)$ en fonction de d^2 permet d'obtenir une droite. La pente de cette droite permet de déduire D et de l'ordonnée à l'origine permet de calculer N .

Les essais sur les quatre sandwichs ont permis de calculer de la rigidité (P/W) en fonction de la distance entre appuis (d). Les résultats sont présentés dans figure 3.12. L'analyse de ces résultats montre que le comportement mécanique des matériaux sandwichs dépend à la fois de la distance entre appuis et du nombre de cellules dans l'âme. Pour de grandes distances entre appuis où le sandwich est sollicité en flexion pure, il a été observé un comportement pratiquement linéaire jusqu'à la rupture des éprouvettes. Cette rupture est intervenue après la rupture de la peau en contact avec l'appui central. Lorsque la distance entre appuis diminue, les résultats ont fait apparaître d'abord un comportement linéaire puis non linéaire. Dans ce cas le matériau est sollicité en flexion et en cisaillement. La rupture totale des éprouvettes est induite par la rupture de la peau en contact avec l'appui central en traction et de l'âme en cisaillement. L'augmentation du nombre de cellules de l'âme conduit à une augmentation de la charge à rupture et à une rigidité plus élevée des matériaux sandwichs. Cette augmentation est d'autant plus importante que la distance entre appuis est faible.

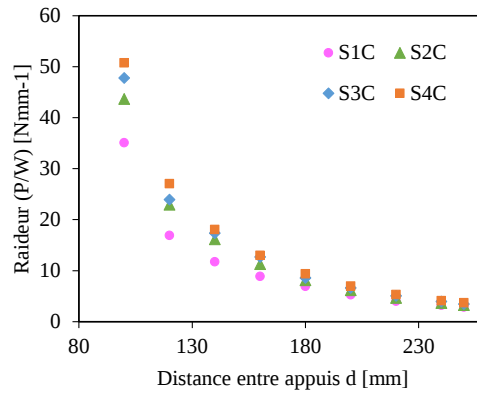


Figure 3. 12. Variation de la raideur des sandwichs.

La figure 3.13 présente l'évolution des rapports $W/(Pd)$ en fonction de d^2 pour les différentes durées d'immersion. Chaque figure présente une comparaison des quatre sandwichs pour une durée de vieillissement donnée.

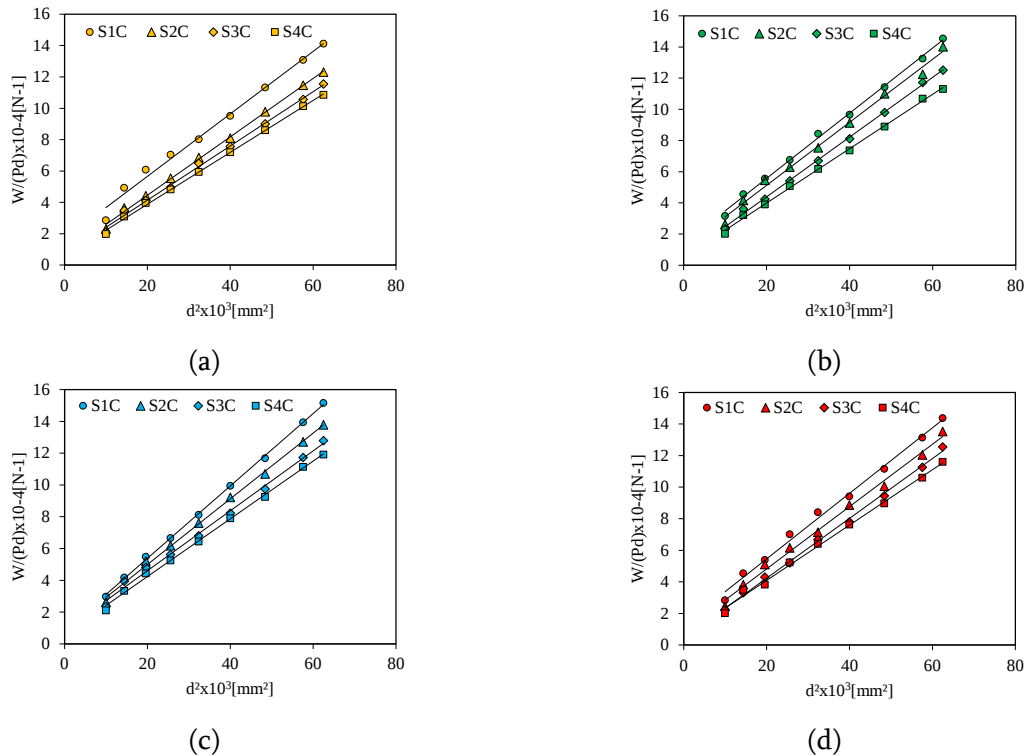


Figure 3. 13. Evolution du rapport $P/(Wd)$ en fonction du carré de la distance entre appuis pour les 4 sandwichs vieillis pendant : a) 0 jours, b) 10 jours, c) 30 jours et d) 60 jours d'immersion.

Les points expérimentaux peuvent alors être interpolés par une droite. D'après l'équation 3.4, les pentes et ordonnées à l'origine de ces droites permettent alors de déterminer les rigidités équivalentes en flexion et en cisaillement pour les quatre sandwichs et différentes durées de vieillissement. Les résultats sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau 3. 1. Caractéristiques des sandwichs en fonction de la durée d'immersion

Rigidités équivalentes	$D [10^6 \text{ N.mm}^2]$				$N [\text{KN}]$			
Nbre de jours	0	10	30	60	0	10	30	60
S1C	1,045	0,995	0,915	1,003	1,495	1,813	3,009	1,912
S2C	1,118	1,028	1,008	1,055	3,453	2,349	2,920	2,863
S3C	1,203	1,084	1,105	1,099	3,755	1,084	2,986	5,675
S4C	1,258	1,193	1,147	1,189	4,427	1,193	4,189	4,253

3.4.2.2. Propriétés des constituants

Les sandwichs à âme en nids d'abeilles sont des structures hétérogènes en raison de la complexité de leur géométrie, ce qui pose des problèmes de calcul. La méthode d'homogénéisation est une solution pour surmonter ces difficultés. Certains travaux expérimentaux et numériques ont été réalisés pour déterminer les propriétés élastiques équivalentes de cette structure [163]. La complexité de la géométrie et des conditions aux limites des sandwichs en nids d'abeilles ont fait de l'homogénéisation analytique une solution très utile et efficace. En tenant compte de cette hypothèse et à partir des résultats précédents, les propriétés des constituants des sandwichs peuvent être déduites à partir des rigidités équivalentes D et N comme suit [148] :

$$D = \frac{E_p b e_p (e_p + e_a)^2}{2} \quad (3.5)$$

$$N = b(e_p + e_a)G_a \quad (3.6)$$

Le module de Young des peaux composites E_p ainsi que le module de cisaillement de l'âme G_a peuvent être déduits par :

$$E_p = \frac{2D}{b e_p (e_p + e_a)^2} \quad (3.7)$$

$$G_a = \frac{N}{b(e_p + e_a)} \quad (3.8)$$

Avec e_p et e_a sont respectivement les épaisseurs des deux peaux et de l'âme, et b présente la largeur de l'éprouvette.

Ainsi, le module de Young des peaux E_p et le module de cisaillement des âmes G_a sont déterminés et présentés en fonction du nombre de cellules et pour différentes durées d'immersion en figure 3.14. On remarque que le module de Young des peaux diminue en fonction de la durée d'immersion et augmente avec le nombre de cellules. Ce résultat est

similaire à celui obtenu dans le cas des essais de traction sur la peau seule. La diminution du module de Young est attribuée à la pénétration des molécules d'eau dans le réseau macromoléculaire du composite PLA/lin. En revanche, le module de cisaillement augmente en fonction de la durée d'immersion. Ceci est dû à la cristallisation des chaînes de la structure du composite suite à la pénétration de l'eau dans les parois cellulaires de l'âme.

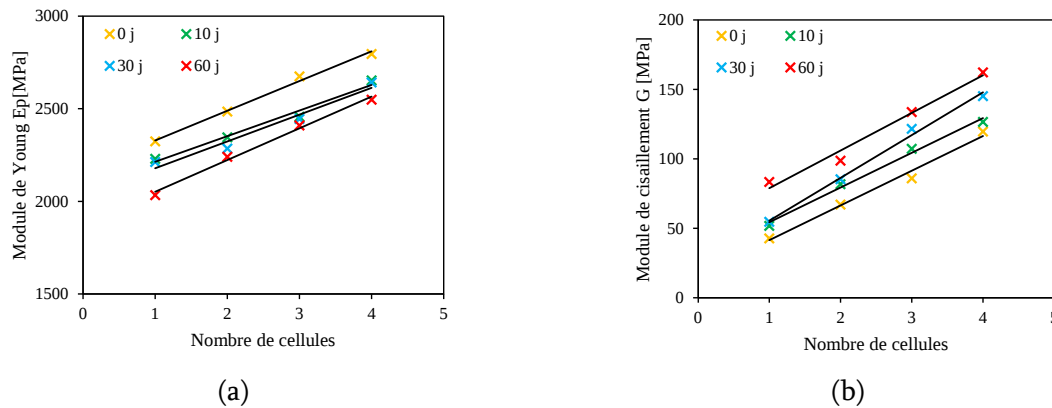


Figure 3. 14. Propriétés des constituants des sandwichs déduites des essais de flexion pour différentes durées d'immersion : a) Module de Young des peaux et b) Module de cisaillement des âmes.

Ce comportement a été révélé par Osman et al. [164]. Ils ont travaillé sur des composites renforcés par des fibres biosourcés. Ils ont montré que les propriétés en flexion diminuent en fonction de la durée d'immersion. Aussi, Prabhakaran et al. [94] se sont intéressés à l'effet de l'absorption de l'eau sur les propriétés en flexion des composites sandwichs biosourcés. Les essais de flexion ont permis de conclure que les propriétés mécaniques des sandwichs augmentent avec la densité de l'âme et diminuent en fonction de la durée d'immersion.

3.4.3. Résultats de la classification par émission acoustique

La méthode décrite dans le paragraphe 3.2.3. a été utilisée pour la classification des signaux d'émission acoustiques émis lors des essais de flexion statique sur les sandwichs. Les résultats de cette analyse sont présentés dans les figures de 3.17. à 3.20. pour les quatre sandwichs et pour différentes durées du vieillissement (non vieilli et vieilli 10, 30 et 60 jours). Ces figures représentent la distribution d'amplitude associée à l'évolution de la charge en fonction du temps (Fig. 3.17.a. à 3.20.a), l'évolution du nombre de coups cumulés, des différentes classes acoustiques détectées en fonction du temps (Fig. 3.17.b à

3.20.b) et l'analyse en composantes principales (ACP) (Fig. 3.17.c à 3.20. c). Le choix des durées permet de mettre en évidence l'effet du vieillissement sur l'évolution et les caractéristiques des événements acoustiques.

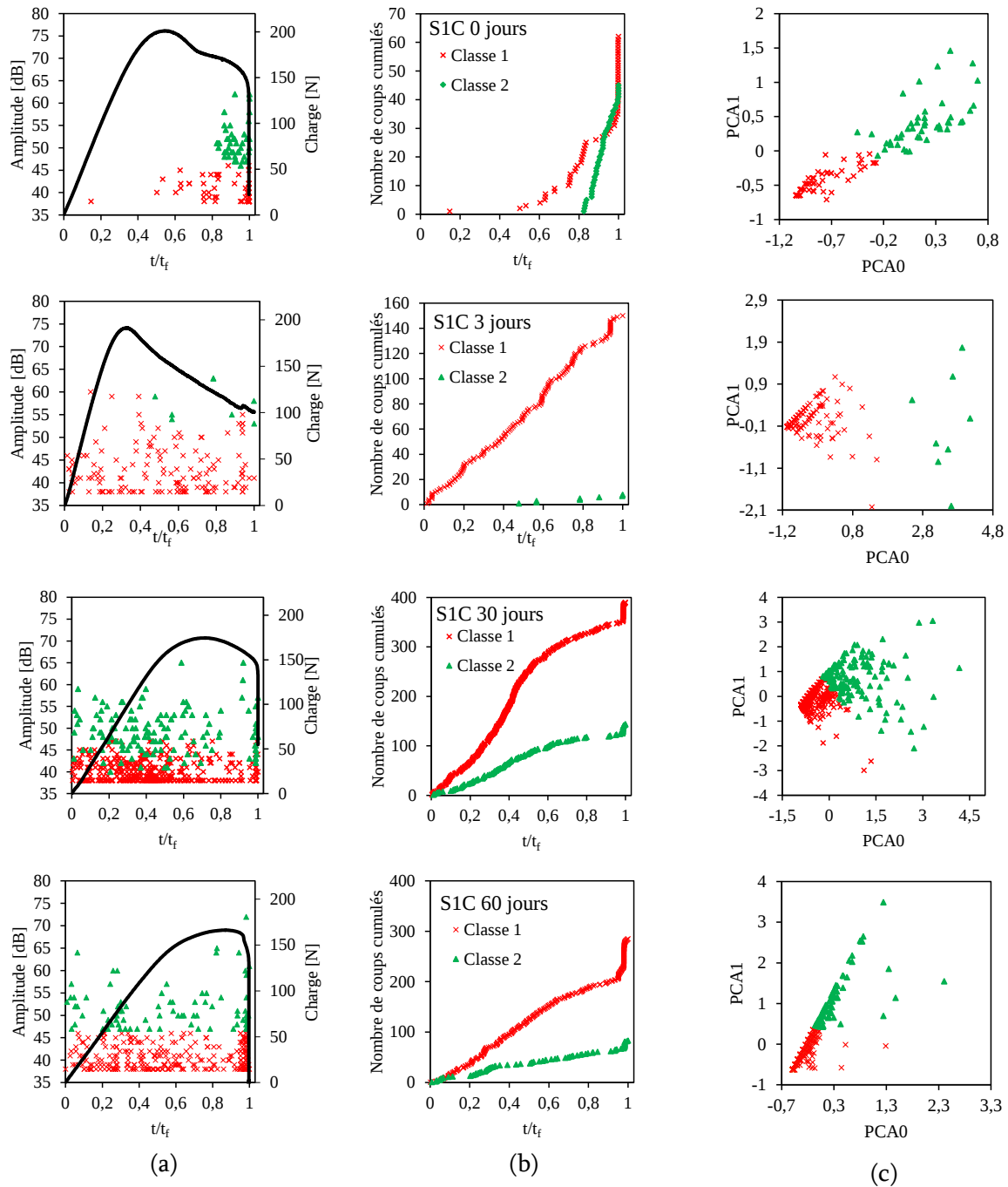


Figure 3. 15. Analyse des données d'émission acoustiques des sandwichs à âme avec 1 cellule pour différentes durées d'immersion (non vieilli et vieilli 3, 30, 60 jours) : a) Représentation des événements en Amplitude/Temps, b) Chronologie d'apparition et évolution des classes et c) Analyse en composantes principales.

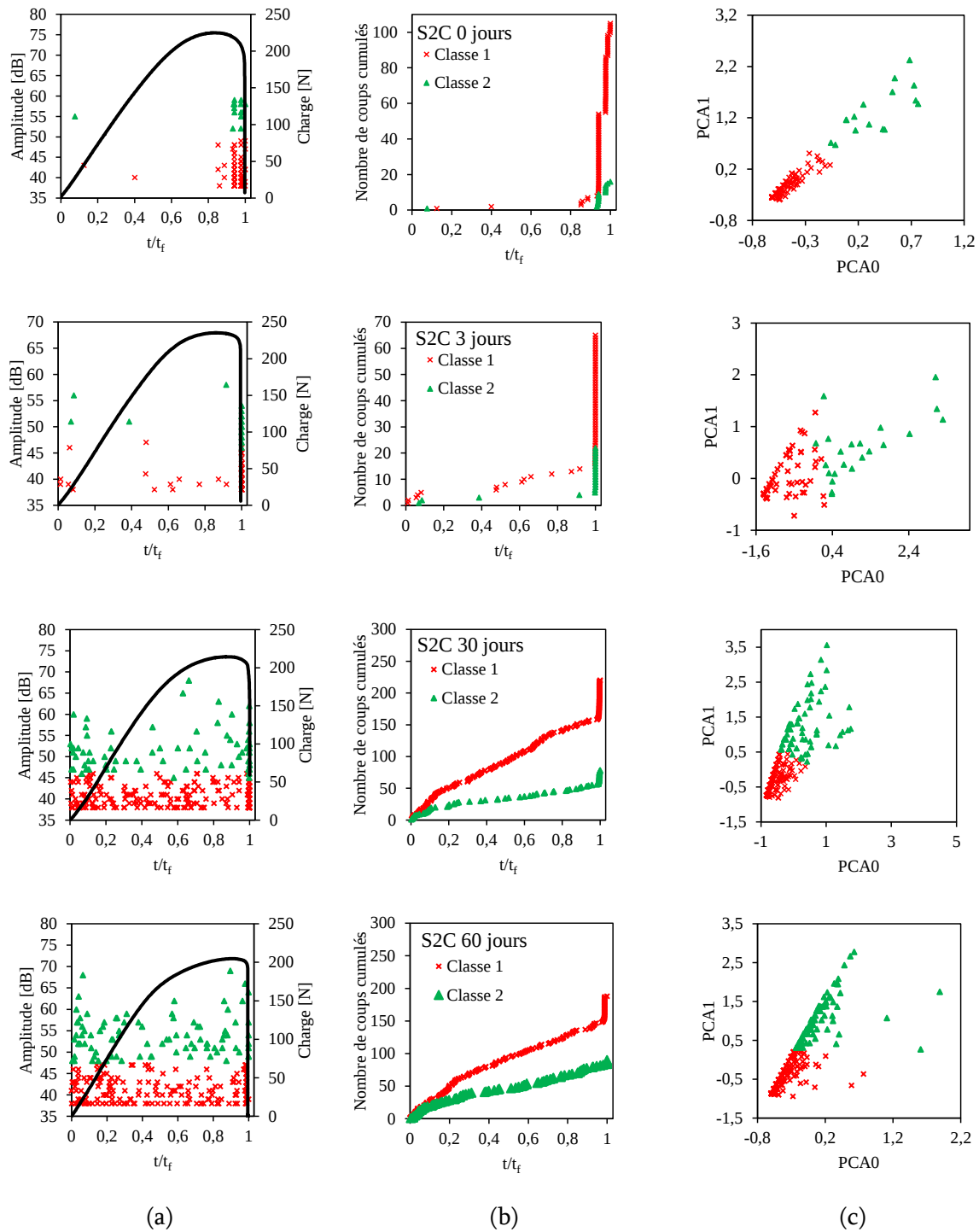


Figure 3. 16. Analyse des données d'émission acoustiques des sandwichs à âme avec 2 cellules pour différentes durées d'immersion (non vieilli et vieilli 3, 30, 60 jours) : a) Représentation des évènements en Amplitude/Temps, b) Chronologie d'apparition et évolution des classes et c) Analyse en composantes principales.

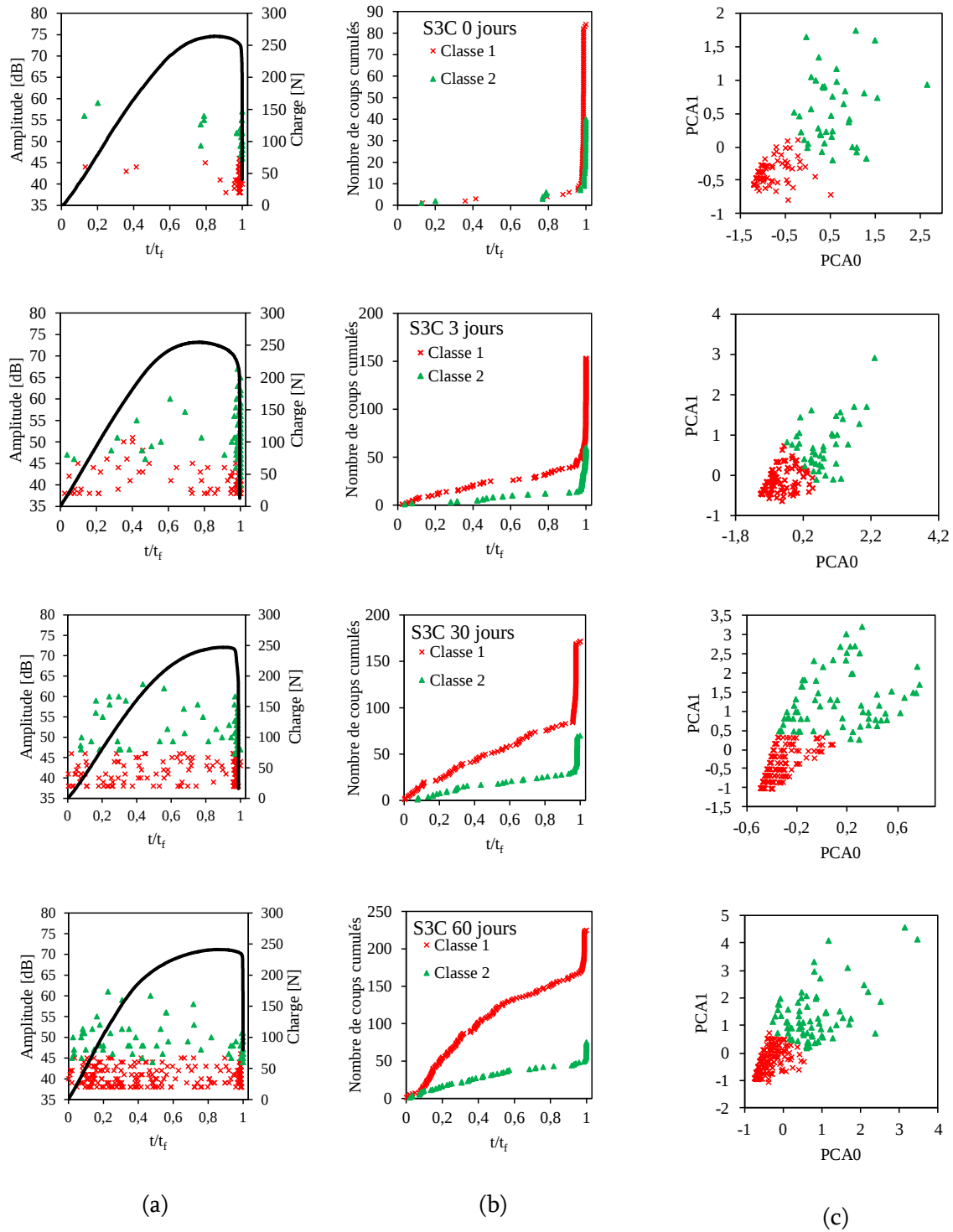


Figure 3. 17. Analyse des données d'émission acoustiques des sandwichs à âme avec 3 cellules pour différentes durées d'immersion (non vieilli et vieilli 3, 30, 60 jours) : a) Représentation des évènements en Amplitude/Temps, b) Chronologie d'apparition et évolution des classes et c) Analyse en composantes principales.

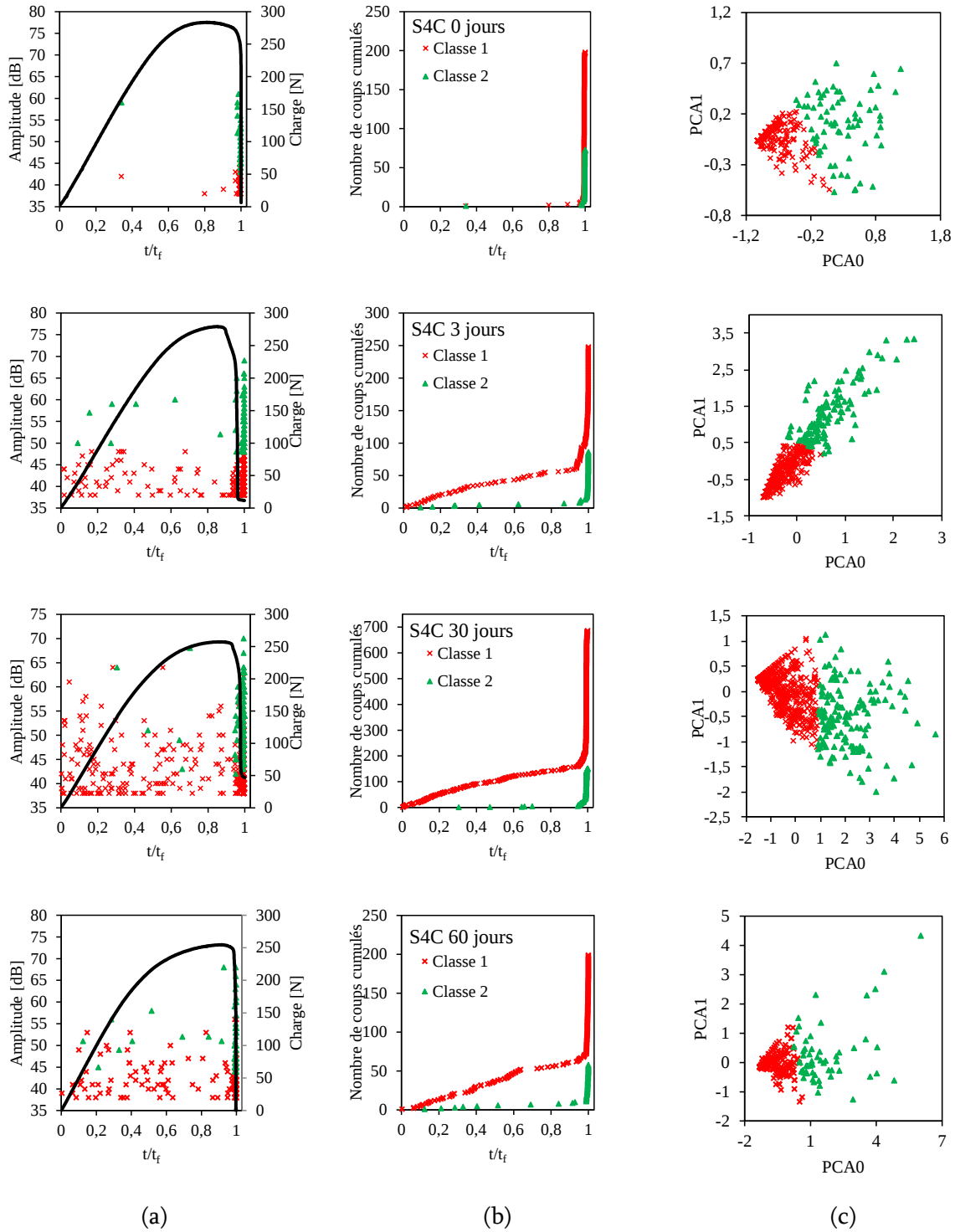


Figure 3. 18. Analyse des données d'émission acoustiques des sandwichs à âme avec 4 cellules pour différentes durées d'immersion (non vieilli et vieilli 3, 30, 60 jours) : a) Représentation des évènements en Amplitude/Temps, b) Chronologie d'apparition et évolution des classes et c) Analyse en composantes principales.

L'analyse de ces résultats permet de remarquer que l'activité acoustique des quatre sandwichs non vieillis ne commence pratiquement qu'à la fin de l'essai. Pour les quatre sandwichs, il existe deux classes acoustiques d'amplitude variant de 38 dB et 75 dB. La première classe est plus marquée et son nombre augmente plus rapidement que la deuxième classe. De ce fait, l'endommagement des sandwichs non vieillis et vieillis est principalement engendré par la fissuration matricielle. Ce mécanisme d'endommagement est caractérisé par des faibles amplitudes entre 38dB et 50dB. La deuxième classe avec des amplitudes entre 45dB et 75dB caractérise le deuxième mécanisme d'endommagement est attribuée à la décohésion fibre/matrice qui évolue jusqu'à rupture totale des éprouvettes. On constate aussi que le nombre de coups cumulés augmente avec le nombre de cellules de l'âme du sandwich. En fin d'essai, et pour le sandwich à âme avec une seule cellule non vieilli, ce nombre est de l'ordre de 105 alors qu'il est de 270 pour un sandwich à une âme avec 4 cellules.

Enfin, ces résultats mettent aussi en évidence l'effet de l'humidité sur les mécanismes d'endommagement. En effet, pour les sandwichs non vieillis, les événements acoustiques détectés apparaissent progressivement durant l'essai, puis s'accélèrent vers la fin de l'essai. Concernant les sandwichs vieillis, les événements démarrent dès le début de l'essai. Ceci est dû à l'endommagement des constituants des sandwichs par l'absorption de l'eau qui s'est infiltrée dans la matrice en PLA et les fibres de lin. Ce phénomène d'absorption entraîne des endommagements précoces, en particulier à l'interface fibres/matrice comme décrit en détail dans le chapitre 2. L'accumulation des événements au début de l'essai indique un endommagement initial des sandwichs vieillis. Cette constatation justifie la perte importante des propriétés mécaniques, essentiellement, le module de Young, observés dans la figure 3.7 du paragraphe 3.3.1.

3.5. Conclusion

L'effet du vieillissement hydrique sur le comportement statique de la peau composite et des sandwichs a été étudié à l'aide des essais de traction et de flexion. Les essais mécaniques ont été associés à la technique d'émission acoustique afin d'identifier et suivre les mécanismes d'endommagement.

Les résultats expérimentaux en statique montrent que le vieillissement entraîne une diminution des propriétés mécaniques de la peau composite et des sandwichs. En comparant les sandwichs à âme avec différents nombres de cellules, on constate que les propriétés mécaniques des sandwichs à âme avec 4 cellules sont plus élevées que les autres, notamment, celui à âme avec une seule cellule. L'analyse des événements acoustiques obtenus et la classification a permis de ne détecter que deux classes associées à deux modes d'endommagement : la fissuration de la matrice et la décohésion fibre/matrice. Tous les matériaux ont présenté les mêmes types d'endommagement avec des chronologies d'apparition des événements acoustiques différentes. Le vieillissement hydrique accélère l'apparition de l'endommagement et sa propagation dans le matériau composite biosourcé.

Chapitre 4 : Effet du vieillissement hydrique sur le comportement en fatigue

Résumé

Ce chapitre présente une étude de l'effet du vieillissement sur le comportement en fatigue cyclique de la peau composite et des sandwichs. Les essais sont menés en traction pour la peau et en flexion 3-points pour les sandwichs.

Dans un premier temps, une description du protocole expérimental utilisé est présentée. Par la suite, les résultats trouvés en termes d'évolution des propriétés mécaniques en fonction du nombre de cycles pour différentes durées d'immersion sont discutés. L'énergie dissipée au cours des cycles de fatigue ainsi que l'amortissement sont calculés à partir des données expérimentales en fonction du nombre de cycles et de la durée d'immersion.

De plus, pour suivre l'évolution des mécanismes d'endommagement, tous ces essais sont instrumentés par la technique d'émission acoustique (EA) afin d'analyser les principaux événements acoustiques et de les associer aux mécanismes d'endommagement suite à des observations microscopiques.

4.1. Introduction

La fatigue des matériaux composites résulte de la dégradation progressive de leur intégrité sous l'effet de sollicitations extérieures variables au cours du temps. Ainsi, des sollicitations d'origine mécanique peuvent considérablement affecter les propriétés mécaniques telles que la rigidité, la résistance, la durée de vie etc... Dans ce contexte, il est important d'analyser le comportement mécanique des bio-composites sandwichs en fatigue cyclique. L'endommagement par fatigue cyclique de ce type des matériaux est un problème crucial à prendre en compte lors de l'élaboration d'une structure. Ainsi, les contraintes mécaniques durant le cycle de vie d'un composite biosourcé sont sensiblement inférieures à ses contraintes statiques de rupture. Par conséquent, plusieurs défauts se forment et se propagent dans le matériau sous des chargements cycliques, entraînant une perte des caractéristiques mécaniques et une éventuelle détérioration.

L'étude du comportement mécanique des sandwichs à âmes auxétiques en fatigue a fait l'objet de plusieurs travaux de recherche. Néanmoins, l'effet du vieillissement hydrique sur ce comportement présente encore un verrou pour la communauté scientifique.

L'objectif de ce chapitre consiste ainsi à analyser, expérimentalement, l'effet du vieillissement hydrique sur le comportement en fatigue de la peau composite et des sandwichs à âmes auxétiques réentrantes en PLA/lin.

Dans un premier temps, les essais de fatigue sont effectués sous des sollicitations cycliques en traction pour la peau composite, puis en flexion 3-points pour les sandwichs. Quatre types de sandwichs sont étudiés. Ils se différencient par le nombre de cellules dans l'âme suivant la largeur des éprouvettes (1 cellule, 2, 3, 4 cellules).

En plus, tous les essais de sollicitation de fatigue sont instrumentés par des capteurs d'émission acoustique afin de suivre et analyser l'évolution des mécanismes d'endommagement qui peuvent apparaître pour différentes durées d'immersion.

4.2. Protocoles expérimentaux

Les essais de fatigue sont réalisés effectués à l'aide d'une sollicitation sinusoïdale en contrôlant le signal déplacement avec un rapport de chargement R et niveau de chargement r définis par l'équation (4.1) et (4.2).

$$R = \frac{d_{min}}{d_{max}} \quad (4.1)$$

$$r = \frac{d_{max}}{d_{rup}} \quad (4.2)$$

Où d_{min} et d_{max} sont respectivement les déplacements minimal et maximal appliqués au cours du cycle et d_{rup} est le déplacement à la rupture en statique.

La machine hydraulique universelle de type INSTRON modèle 8801 est utilisée avec une cellule de force de 10 kN pour les essais de traction en fatigue et avec une cellule de force de 1 kN pour les essais de flexion en fatigue.

4.2.1. Essai de traction en fatigue de la peau composite

Les essais de traction en fatigue cyclique sont réalisés selon la norme ASTM D638 [147] sur des éprouvettes imprimées en 3D d'une longueur de 150 mm, d'une largeur de 10 mm et d'une épaisseur de 5 mm (Fig. 4.1.). Afin d'évaluer l'influence du vieillissement sur les propriétés mécaniques en fatigue, des éprouvettes sont immergées à différentes durées (0, 3, 10, 30, 45, 60, 80 jours) permettant de couvrir tout le domaine d'absorption du composite (Fig. 2.9.).

L'essai de traction en fatigue cyclique est réalisé avec une fréquence de 10 Hz, un rapport de chargement de 0,4 et un niveau de chargement de 0,7.



Figure 4. 1. Eprouvette haltère.

4.2.2. Essai de flexion en fatigue des sandwichs

Les essais de flexion en fatigue sur les sandwichs sont menés en flexion 3-points, selon la norme ASTM D790-86 [165]. Les éprouvettes des sandwichs sont constituées de deux peaux d'épaisseur 2 mm (1 mm par peau) et d'une âme de 5 mm d'épaisseur et une largeur de 25 mm. Les quatre types de sandwichs de différentes âmes (1 cellule ; 2 ; 3 et 4 cellules) sont considérés. Des éprouvettes des différents sandwichs sont immergées à

différentes durées (0, 3, 20, 30, 60 jours) permettant de couvrir tout le domaine d'absorption des sandwichs (Fig. 2.11.). La distance entre appuis est fixée à 110 mm. Un déplacement sinusoïdal avec une fréquence de 5 Hz est imposé pendant les essais de fatigue avec un rapport de chargement de 0,2 et un niveau de chargement de 0,5.

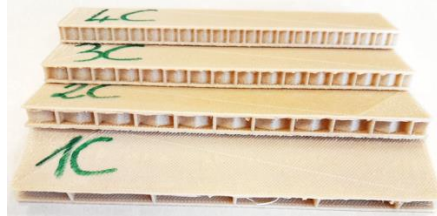


Figure 4. 2. Sandwichs à âmes auxétiques réentrante avec différents nombres de cellules.

4.2.3. Calcul de l'amortissement en fatigue

Au cours des essais en fatigue, 200 points de relevés expérimentaux au moins sont enregistrés pour chaque cycle. Les cycles d'hystérésis sont ensuite obtenus à partir des données expérimentales de la charge et du déplacement en fonction du temps (Fig.4.3). Pour le calcul des énergies potentielles et dissipées et par la suite le calcul de l'amortissement en fatigue, la méthode des trapèzes est utilisée. L'énergie dissipée E_d correspond à l'aire délimitée par la courbe d'hystérésis (charge/décharge). L'énergie potentielle maximale E_p , représente la surface totale sous la partie de chargement.

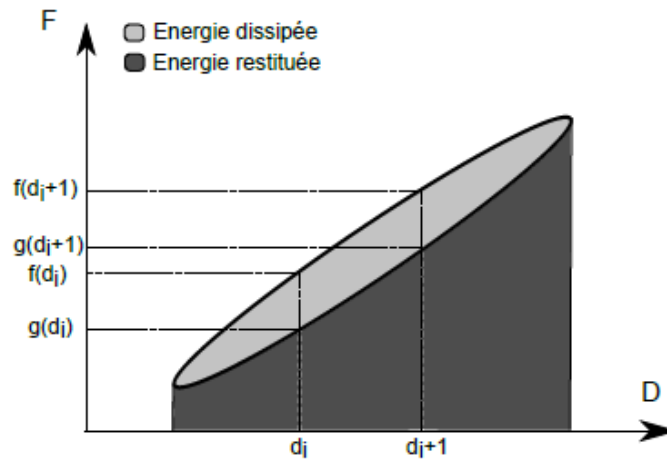


Figure 4. 3. Représentation d'un cycle d'hystérésis.

Pour un cycle donné, l'énergie potentielle E_p est donnée par l'équation (4.3) développée dans les références [166, 167] :

$$E_p = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^n (d_{i+1} - d_i) (f(d_{i+1}) + f(d_i)) \quad (4.3)$$

En plus, l'énergie restituée E_r qui présente l'aire sous la courbe de décharge, est donnée par l'équation (4.4) :

$$E_r = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^n (d_{i+1} - d_i)(g(d_{i+1}) + g(d_i)) \quad (4.4)$$

Enfin, la différence entre ces deux énergies correspond à l'aire de la surface intérieure du cycle d'hystérésis et constitue l'énergie dissipée E_d . Elle est déterminée par l'équation (4.5) :

$$E_d = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^n (d_{i+1} - d_i) ((f(d_{i+1}) + f(d_i)) - (g(d_{i+1}) + g(d_i))) \quad (4.5)$$

D'autre part, l'amortissement η est défini comme le rapport entre l'énergie dissipée et l'énergie potentielle et est donné par l'équation (4.6) :

$$\eta = \frac{E_d}{2\pi E_p} \quad (4.6)$$

4.3. Effet du vieillissement sur le comportement du composite en fatigue

Cette partie présente les résultats de l'effet du vieillissement sur le comportement sous sollicitation de traction en fatigue de la peau composite. L'accent est mis essentiellement sur l'évolution de la rigidité, les cycles d'hystérésis, les énergies dissipées, ainsi que l'amortissement.

4.3.1. Evolution des propriétés mécaniques

La figure 4.4 décrit les résultats de l'évolution de la charge maximale rapportée à celle des premiers cycles en fonctions du nombre de cycles pour quatre durées d'immersion (non vieilli et vieilli 3, 30 et 60 jours) avec une échelle semi-logarithmique.

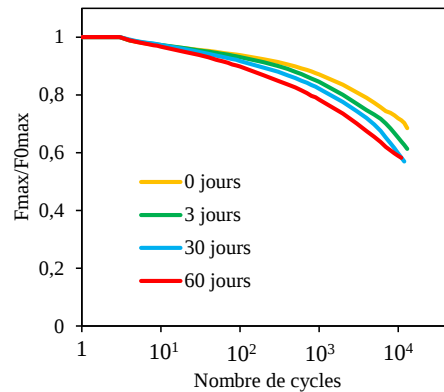


Figure 4. 4. Evolution de la charge en fonction du nombre de cycles pour quatre durées d'immersion.

La perte de rigidité de la peau composite, caractérisée par le rapport F_{max}/F_{0max} , se déroule en deux phase. Dans une première phase se manifeste une diminution brutale dès les premiers cycles, la diminution devient ensuite très lente dans la deuxième phase, correspondant à la quasi-totalité de la durée de vie des éprouvettes quel que soit la durée du vieillissement.

Afin de mettre en évidence l'influence du vieillissement hydrique de la peau composite sur le comportement en fatigue, les résultats sont illustrés en termes de rigidité en fonction de la durée du vieillissement pour quelques nombres de cycles. La figure 4.5 donne l'évolution de la rigidité (F_{max}/F_{0max}) en fonction de la durée d'immersion pour les nombres de cycles de 10^1 , 10^2 , 10^3 et 10^4 .

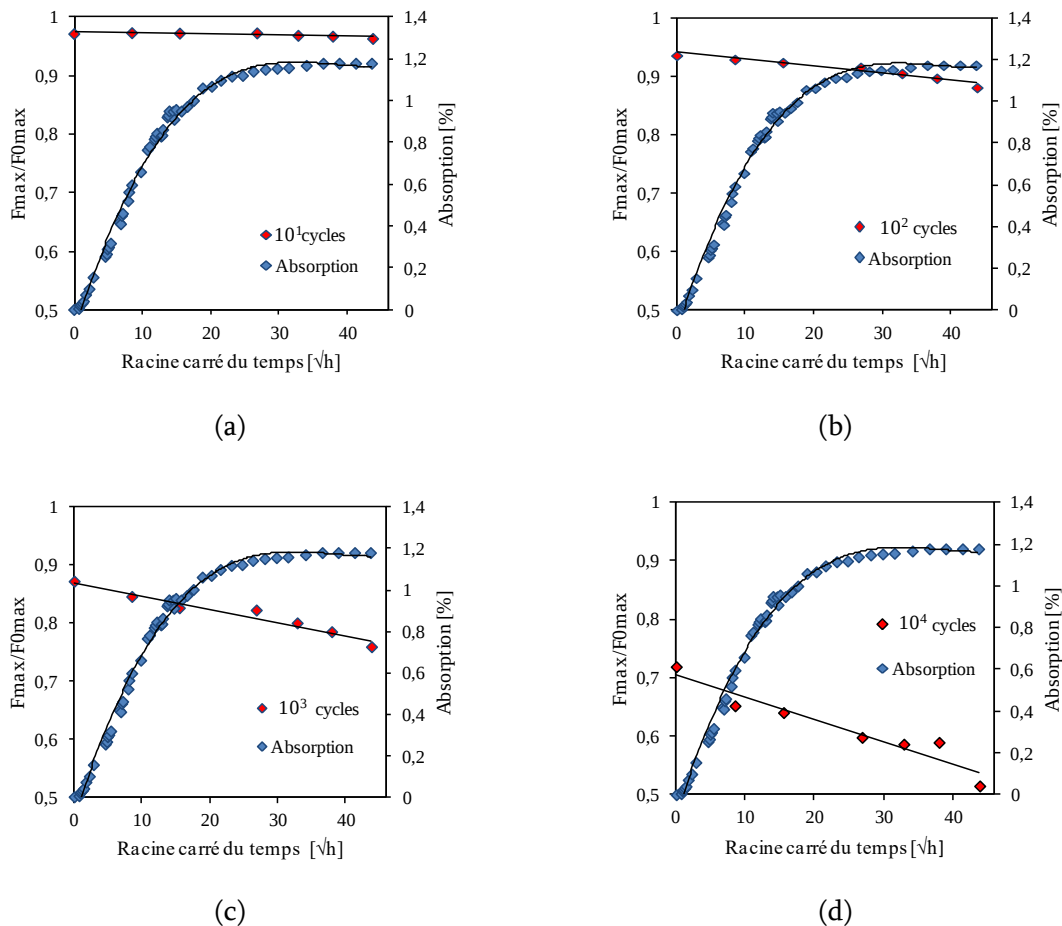


Figure 4. 5. Evolution de la rigidité (F_{max}/F_{0max}) en fonction de la durée d'immersion pour différents nombres de cycles de fatigue : a) 10^1 cycles, b) 10^2 cycles, c) 10^3 cycles et d) 10^4 cycles.

Pour des faibles nombres de cycles (10 cycles), la rigidité est pratiquement constante quel que soit la durée du vieillissement (Fig. 4.5.a). Alors que, pour des nombres de cycles

plus élevés (10^4 cycles), la rigidité diminue avec l'augmentation de la durée du vieillissement (Fig. 4.5.d). A 10^4 cycles de fatigue, la rigidité passe de 72% dans le cas de la peau composite non vieilli à pratiquement 50% pour la peau composite vieillie dans l'eau pendant 60 jours. Cette dégradation peut s'expliquer d'une part par l'apparition de plusieurs endommagements au cours des cycles de fatigue du composite et d'autre part par la dégradation des constituants due à la pénétration de l'eau dans les chaînes macromoléculaires du composite.

4.3.2. Amortissement du composite en fatigue

La dissipation de l'énergie dans les matériaux composites à constituants naturels est induite par différents mécanismes, tels que le comportement viscoélastique de la matrice et des fibres de lin, l'amortissement à l'interface fibre/matrice et l'amortissement due aux endommagements. En règle générale, l'amortissement des composites sains (non vieillis) est faible et augmente avec l'endommagement. Dans le cadre de cette étude, nous avons calculé les énergies potentielle et dissipée en utilisant les équations (4.3) et (4.5) développées dans le paragraphe 4.2.3.

La figure 4.6 présente l'évolution des énergies potentielle (Fig. 4.6.a) et dissipée (Fig. 4.6.b) en fonction du nombre de cycles de fatigue et pour quelques durées de vieillissement (non vieilli et vieilli 3, 30 et 60 jours). On constate que l'énergie potentielle diminue avec l'augmentation du nombre de cycles de fatigue du composite. Cette diminution est beaucoup plus marquée lorsque la durée d'immersion augmente (60 jours). En revanche, l'énergie dissipée diminue pendant les premiers cycles et augmente avec le nombre de cycles de fatigue. Comme pour l'énergie potentielle, l'augmentation de l'énergie dissipée est beaucoup plus marquée pour des durées de vieillissement élevées. Ce phénomène décrit la capacité du matériau à dissiper de l'énergie suite à l'absorption de l'eau et à l'accumulation des endommagements créés suite aux cycles de fatigue.

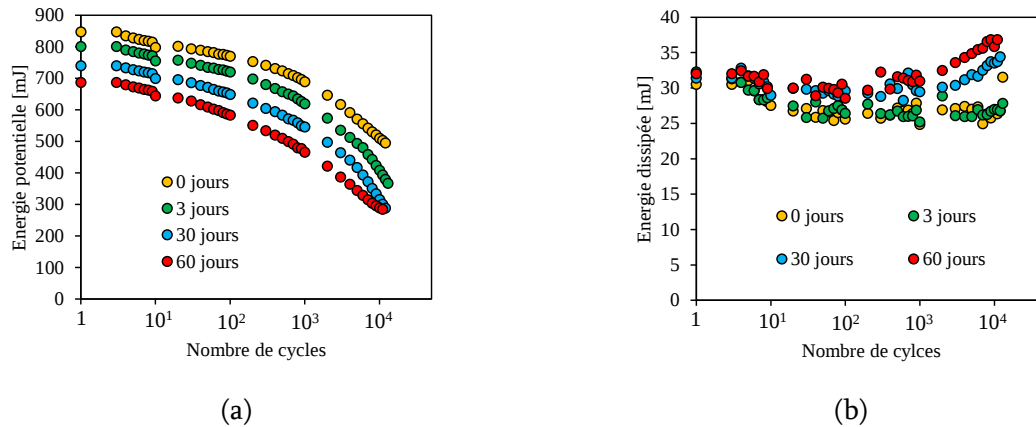


Figure 4. 6. Evolution des énergies en fonction du nombre de cycles pour quelques durées d'immersion : a) Energie potentielle et b) Energie dissipée.

L'amortissement est déduit à partir du rapport des énergies par l'équation (4.6). La figure 4.7 présente l'évolution de l'amortissement du composite en fonction du nombre de cycles de fatigue pour différentes durées d'immersion. Ces résultats montrent que, pour une durée donnée, l'amortissement reste pratiquement constant au cours des premiers cycles de fatigue (jusqu'à 10² cycles). Ensuite, l'amortissement augmente avec le nombre de cycles. Pour un nombre de cycles donné, l'amortissement augmente avec la durée du vieillissement. Pour le composite non vieilli, la valeur de l'amortissement passe de 0,6% au début de l'essai à pratiquement 1% à 10⁴ cycles de fatigue. Pour le composite vieilli pendant 60 jours dans l'eau, la valeur de l'amortissement passe 0,7% en début d'essai à 2% à 10⁴ cycles de fatigue.

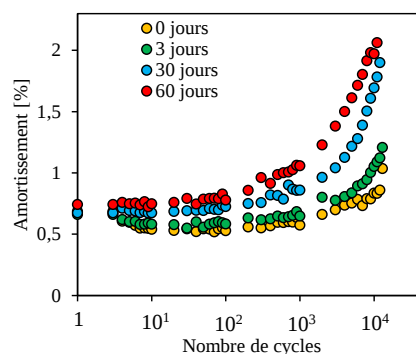


Figure 4. 7. Evolution de l'amortissement en fonction du nombre de cycles pour différentes durées d'immersion.

Ces résultats montrent une corrélation entre la fatigue, l'absorption de l'eau du composite et la dissipation de l'énergie. La faible variation au début des essais de l'amortissement, comme le montre la figure 4.7, correspond à l'initiation de quelques

endommagements dus à la fatigue. Ensuite une deuxième phase est observée et correspond à une augmentation brutale de l'amortissement. Cet accroissement de l'amortissement avec le nombre de cycles est dû à la propagation et la multiplication des mécanismes d'endommagement au cours des cycles de fatigue de la peau composite.

La figure 4.8 met en évidence l'effet de la durée du vieillissement sur les valeurs de l'amortissement du composite. Elle donne l'évolution de l'amortissement en fonction de la durée du vieillissement pour quelques nombres de cycles (10^1 , 10^2 , 10^3 et 10^4 cycles). Il est à noter que l'amortissement augmente avec la durée du vieillissement.

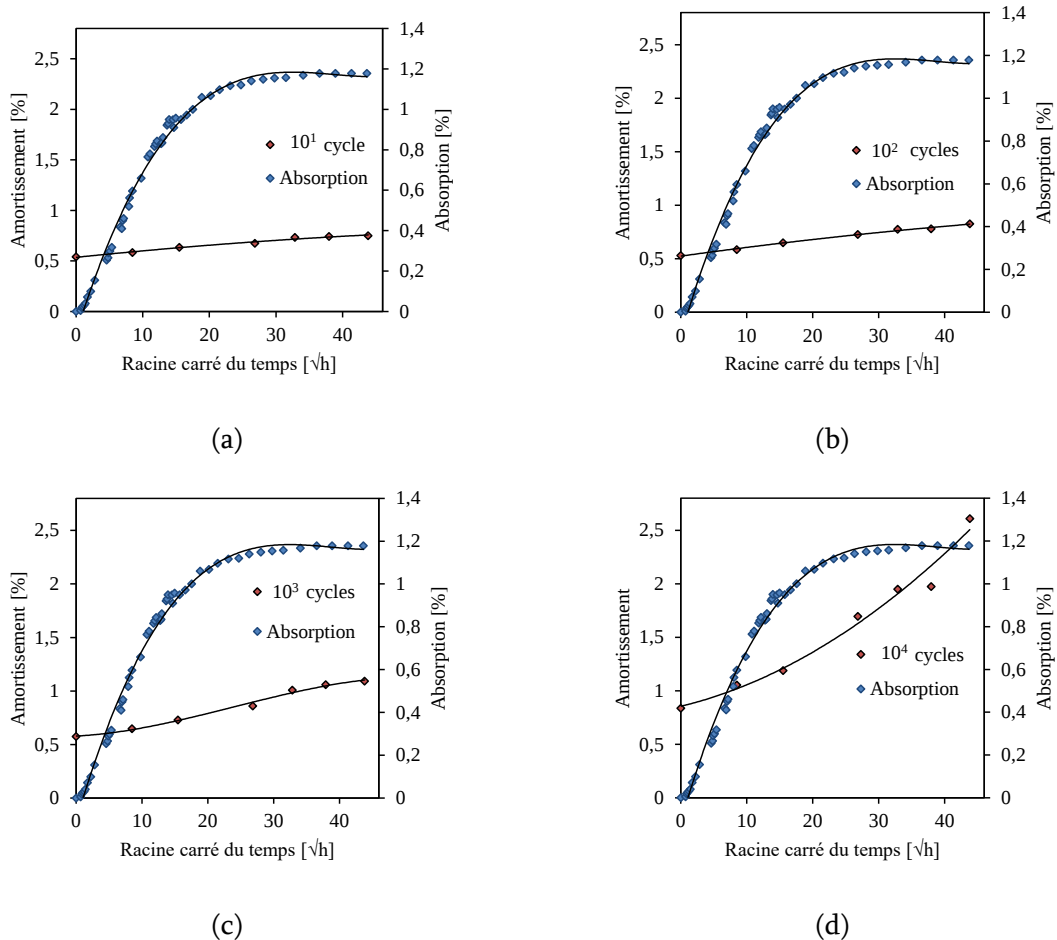


Figure 4. 8. Evolution de l'amortissement en fonction de la durée d'immersion pour différents nombres de cycles de fatigue : a) 10^1 cycles, b) 10^2 cycles, c) 10^3 cycles et d) 10^4 cycles.

Cette augmentation est beaucoup plus marquée lorsque le nombre de cycles de fatigue est élevé (10^4). Cette augmentation est engendrée par la plastification du composite suite à la pénétration des molécules d'eau. Ces molécules, une fois fixées sur les groupes hydrophiles, entraînent une forte mobilité au niveau des chaînes macromoléculaires.

Malgré tout, il est envisageable que le taux d'absorption entraîne des endommagements qui soient dissipatifs. Il est important de noter aussi que les endommagements et la plastification causés par l'absorption de l'eau s'accompagnent d'une augmentation de l'énergie dissipée.

4.3.3. Analyse des mécanismes d'endommagement

Un suivi par émission acoustique (EA) est effectué tout au long des essais de fatigue. La méthode adoptée et les paramètres d'acquisition acoustique sont détaillés dans la section 3.1.3 et dans la figure 3.4 du troisième chapitre. Deux classes d'événements acoustiques sont identifiées. Une analyse des classes acoustiques dans le plan amplitude/temps est présentée ainsi que la chronologie de l'apparition et l'évolution des classes. De plus, afin de séparer les chevauchements des classes perçues dans les graphes amplitude/temps, une analyse en composante principale est réalisée. Cette analyse permet de projeter les composantes principales ayant le poids le plus fort dans le même plan. Différentes durées d'immersion sont choisies (non vieilli et vieilli 3, 10, 30 et 60 jours) pour mettre en évidence l'effet du vieillissement sur les événements acoustiques du composite.

Les figures 4.10 présentent les courbes des distributions de l'amplitude en fonction du temps (Fig. 4.10.a), la chronologie d'apparition des classes (Fig. 4.10.b) et enfin l'analyse en composantes principales (Fig. 4.10.c). Pour l'ensemble des durées d'immersion étudiées ici, seules deux classes d'événements acoustiques notées 1 et 2 sont identifiées. Elles apparaissent toutes les deux dès le début de l'essai de traction en fatigue. Leurs nombres augmentent en fonction du nombre de cycles de fatigue. La classe 1 est prépondérante et augmente plus rapidement que la classe 2. En comparant les résultats d'amplitude des classes avec les données de la littérature [21] et en se basant sur les micrographies des faciès de rupture (Fig. 4.9) sur des composites non vieillis et vieillis de 30 jours, on peut présumer que ces classes sont attribuées à la fissuration matricielle (label 1) et à la décohésion fibre/matrice (label 2). La fissuration matricielle présente un nombre plus important des événements détectés durant l'essai de traction fatigue. Les signaux d'émission acoustique associés à ces événements sont identifiés par de faibles amplitudes,

centrées autour de 40 dB. Les signaux de la décohésion fibre/matrice (classe 2) sont caractérisés par des amplitudes plus élevées comprises entre 45 et 75 dB.

En se basant sur le nombre de salves cumulés, on remarque que le nombre d'évènements a tendance à diminuer avec la durée d'immersion, c'est la conséquence des endommagements causés par l'absorption de l'eau avant l'essai mécanique et donc non détectés par l'EA. Cette diminution a été constatée aussi par d'autres auteurs comme Saidane et al. [168] dans le cas des composites à matrice époxyde renforcée par des fibres de lin.

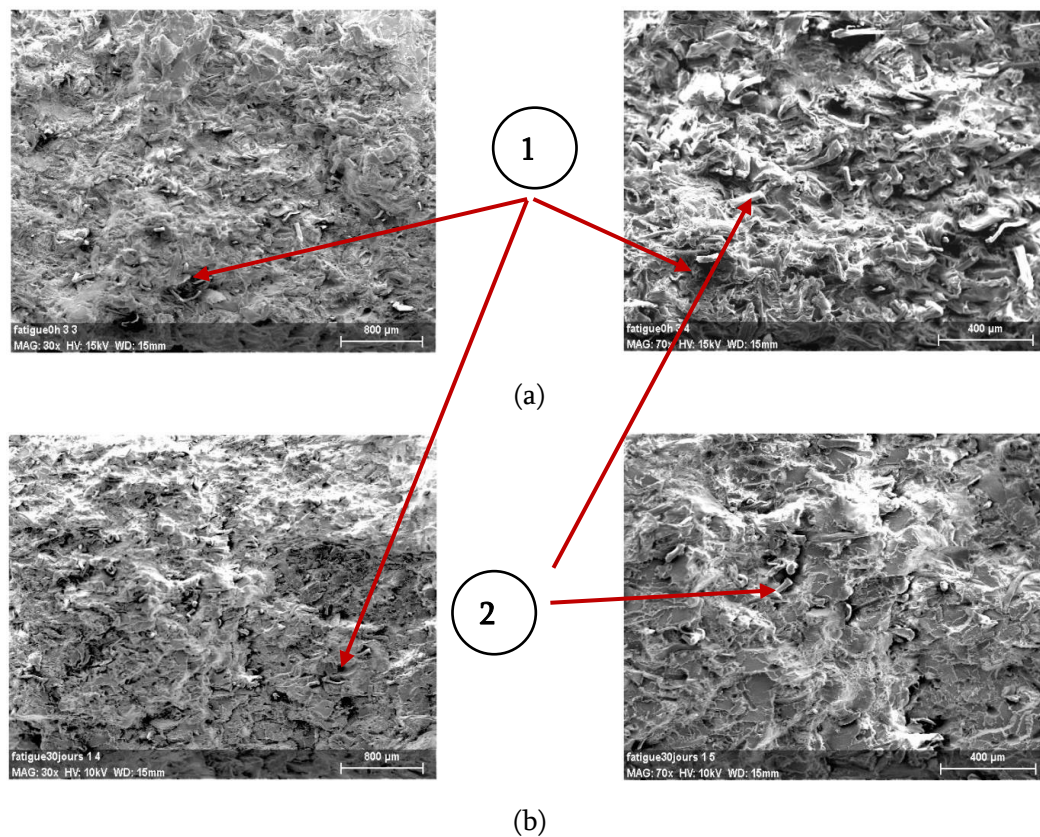


Figure 4. 9. Observations microscopiques des : a) composite non vieilli et b) composite vieilli pendant 30 jours.

L'absorption de l'eau combinée aux cycles de fatigue provoquent des endommagements dans le composite et par conséquent une augmentation de la dissipation d'énergie.

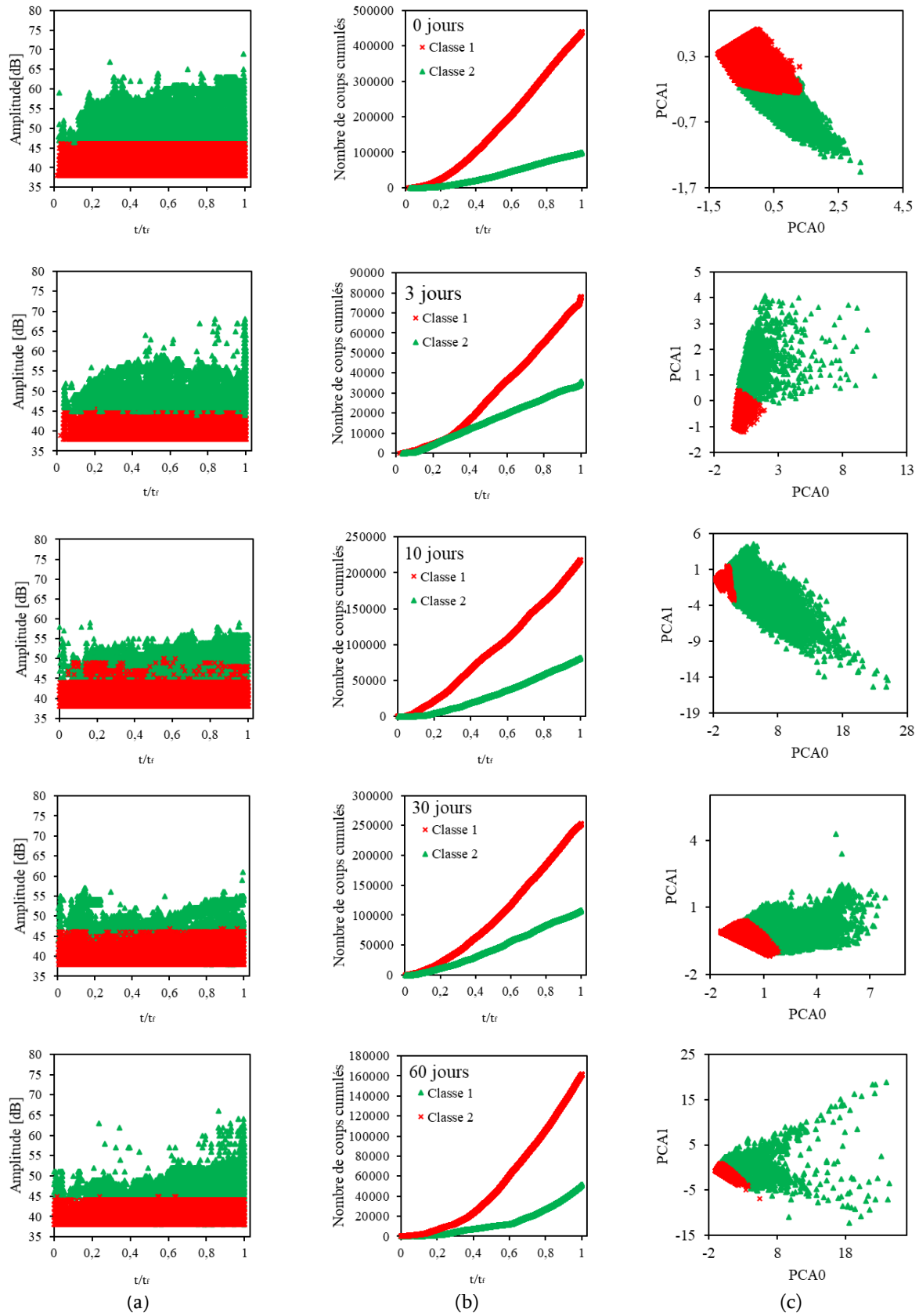


Figure 4. 10. Analyse des données acoustiques du composite : a) Représentation des évènements en Amplitude/Temps, b) Chronologie d'apparition et évolution des classes et c) Analyse en composantes principales.

4.4. Effet du vieillissement sur le comportement des sandwichs en fatigue

L'effet du vieillissement sur le comportement en fatigue des sandwichs sous sollicitations de flexion fait l'objet de la présente étude. Elle se focalise essentiellement sur l'évolution de la rigidité, des énergies dissipées et de l'amortissement en fonction de la durée du vieillissement.

4.4.1. Evolution des propriétés mécaniques

L'évolution de la force appliquée, pour un déplacement contrôlé, est déterminée en fonction du nombre de cycles pour les quatre sandwichs. Les résultats sont présentés en termes de réduction de rigidité (le rapport entre la charge maximale pour un nombre de cycles donné et la charge maximale des premiers cycles F_{max}/F_{0max}) en fonction du nombre de cycles (avec une échelle semi-logarithmique).

A titre d'exemple, la figure 4.11 présente l'évolution de la rigidité en fonction du nombre de cycles pour les quatre sandwichs et quatre durées de vieillissement (non vieilli et vieilli 3, 30 et 60 jours). Il est à noter que pour l'ensemble des sandwichs, la perte de rigidité se déroule en trois phases. Une première phase avec une légère diminution brutale du rapport F_{max}/F_{0max} qui apparaît dès les premiers cycles. Cette diminution correspond à une perte rapide des propriétés mécaniques des sandwichs. Cette phase correspond à l'initiation des endommagements dans le matériau composite du fait de la mise en chargement. Ensuite, une diminution progressive de la rigidité se manifeste jusqu'à la rupture de l'éprouvette, et ceci pour la quasi-totalité des essais. En effet, cette phase correspond à la propagation des endommagements dans les sandwichs. Finalement, la défaillance totale de l'éprouvette est caractérisée par une diminution soudaine de la rigidité essentiellement pour les sandwichs à âmes avec 3 et 4 cellules dans la largeur. Ces derniers présentent une réduction de rigidité plus sévère que ceux à âmes avec 1 et 2 cellules. En effet, plus le nombre de cellules augmente dans la largeur de l'âme, plus la surface de contact entre les peaux et l'âme augmente. La transmission des contraintes de cisaillement entre les peaux et l'âme s'en trouve accrue et donc la résistance du sandwich s'en trouve réduite.

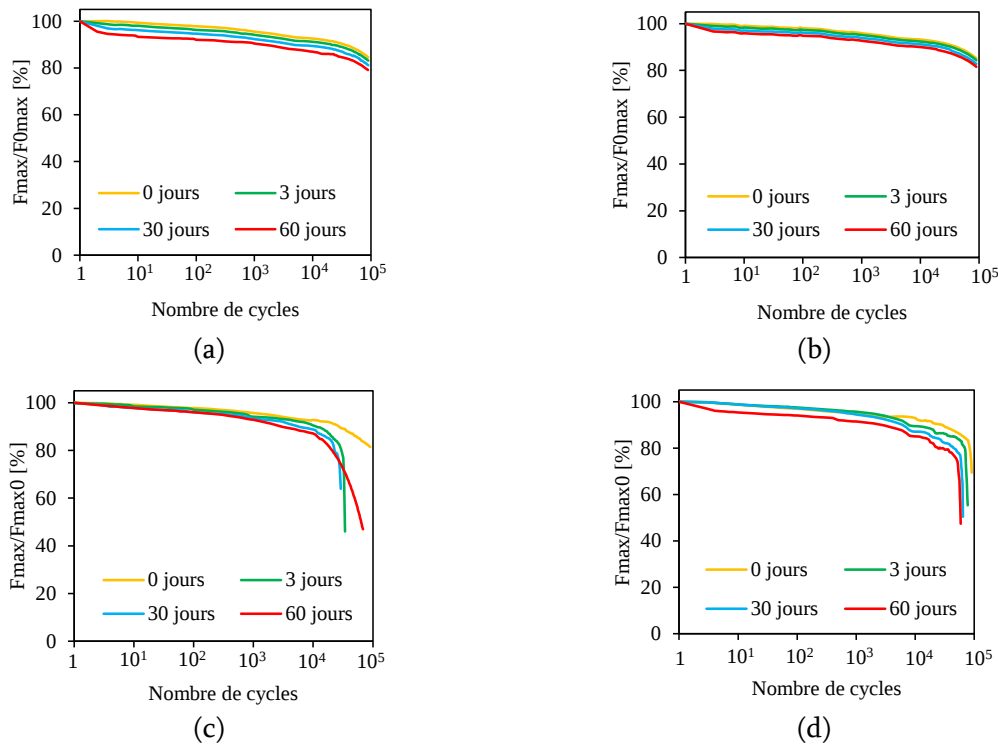


Figure 4. 11. Dégradation de la rigidité (F_{max}/F_{0max}) en fonction du nombre de cycles pour à différentes durées d'immersion pour les sandwichs à âme avec : a) 1 cellule, b) 2 cellules, c) 3 cellules et d) 4 cellules.

Pour les quatre sandwichs, plus la durée du vieillissement augmente plus rigidité diminue. En effet, la pénétration de l'eau dans les constituants des sandwichs provoque la coupure des chaines macromoléculaires du PLA/lin avec la création de nouvelles liaisons avec les molécules d'eau. Ce phénomène affaiblit la structure et crée des endommagements qui augmentent et se propagent avec la fatigue du matériau.

Afin de mettre en évidence l'influence du vieillissement hydrique sandwichs sur le comportement en fatigue, les résultats sont illustrés en termes de rigidité en fonction de la durée du vieillissement pour quelques nombres de cycles (10 , 10^2 , 10^3 , 10^4). Les figures de 4.12 à 4.15 donnent l'évolution de la rigidité (F_{max}/F_{0max}) en fonction de la durée d'immersion pour différents nombres de cycles. On constate que pour les quatre sandwichs la rigidité diminue avec l'augmentation de la durée du vieillissement.

Cette dégradation s'explique d'une part par l'apparition de plusieurs endommagements au cours des cycles de la fatigue et d'autre part par la dégradation des constituants due à la pénétration de l'eau dans le matériau.

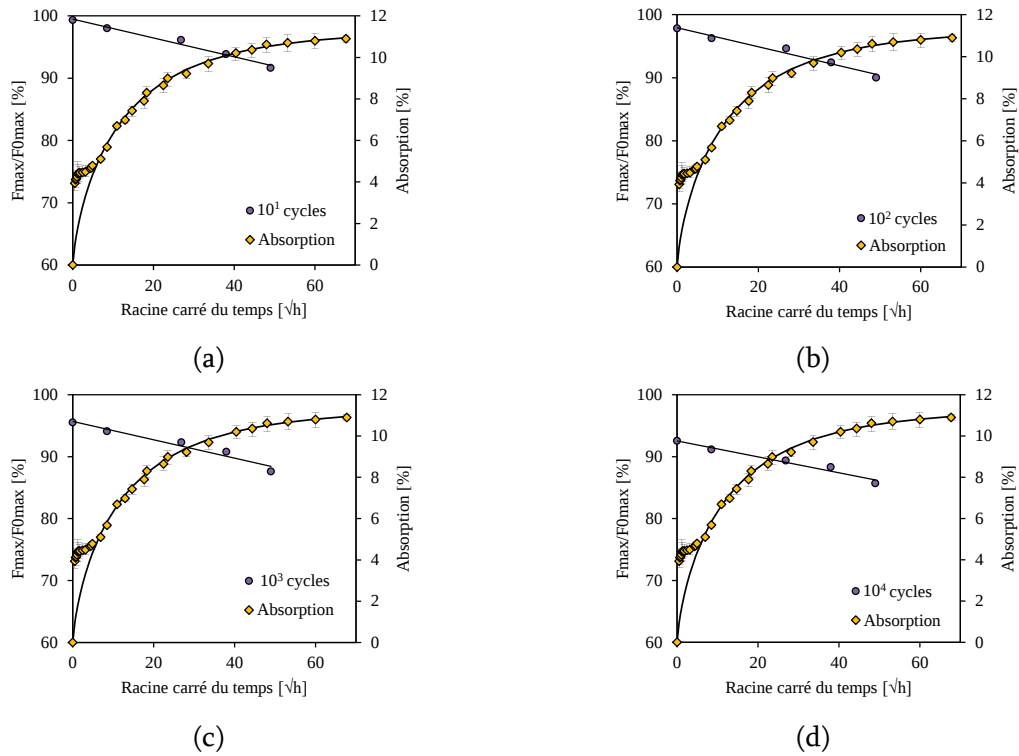


Figure 4. 12. Evolution de la rigidité (F_{max}/F_{0max}) en fonction de la durée d'immersion du sandwich S1C à âme avec une seule cellule pour différents nombres de cycles de fatigue : a) 10^1 cycles, b) 10^2 cycles, c) 10^3 cycles et d) 10^4 cycles.

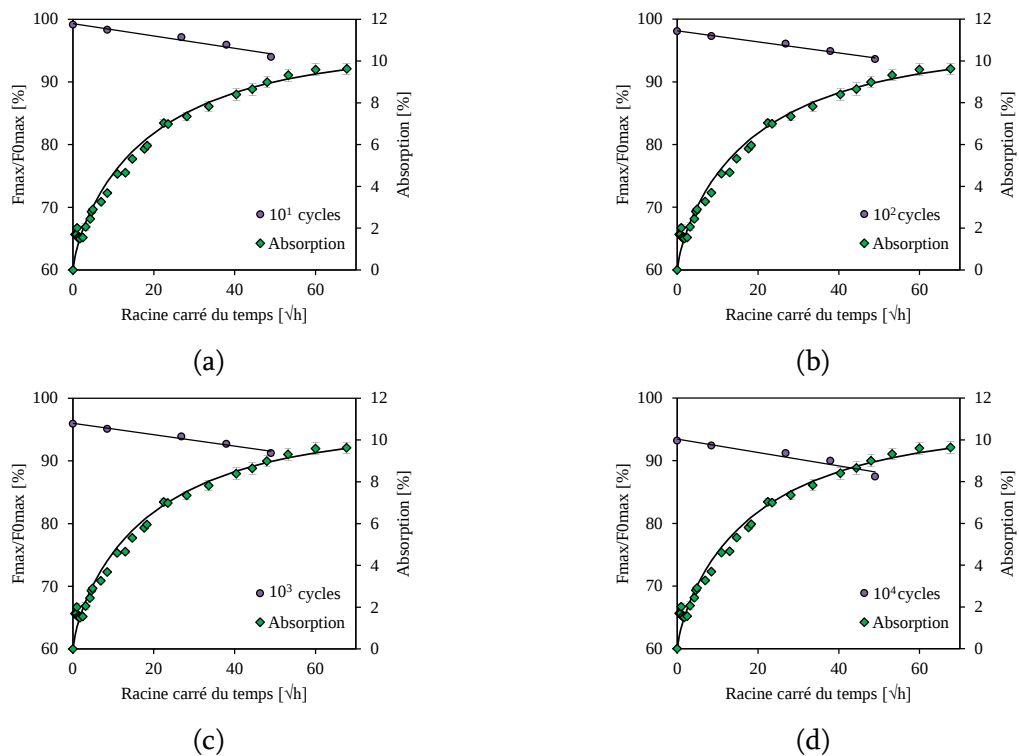


Figure 4. 13. Evolution de la rigidité (F_{max}/F_{0max}) en fonction de la durée d'immersion du sandwich S2C à âme avec deux cellules pour différents nombres de cycles de fatigue : a) 10^1 cycles, b) 10^2 cycles, c) 10^3 cycles et d) 10^4 cycles.

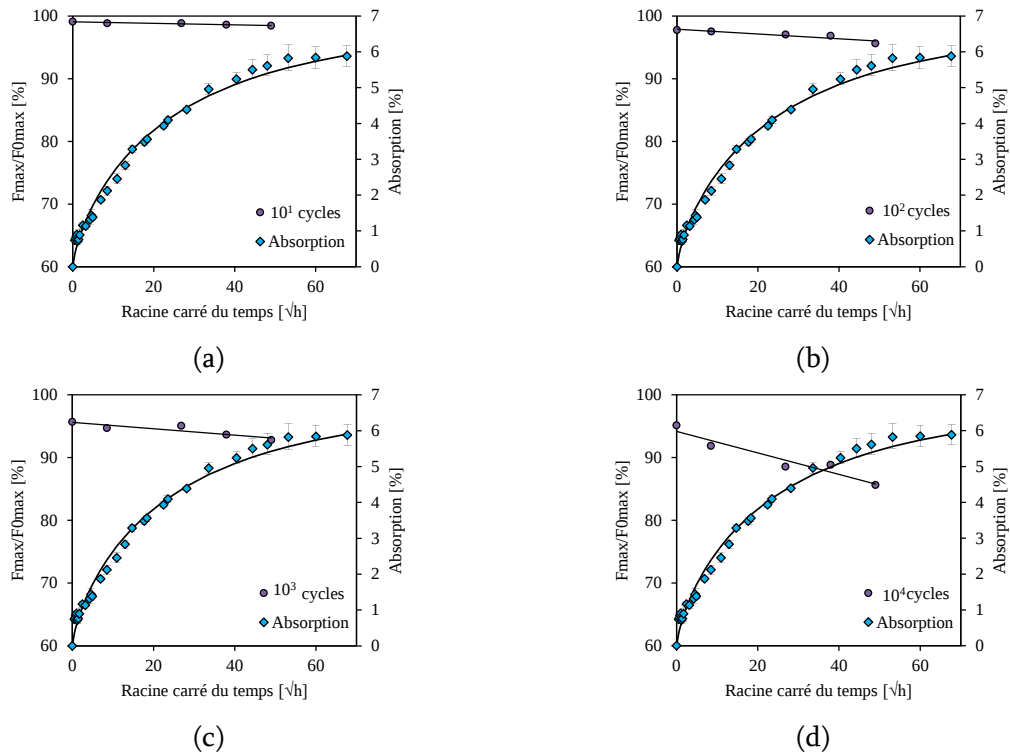


Figure 4. 14. Evolution de la rigidité (F_{max}/F_{0max}) en fonction de la durée d'immersion du sandwich S3C à âme avec trois cellules pour différents nombres de cycles de fatigue : a) 10 cycles, b) 10² cycles, c) 10³ cycles et d) 10⁴ cycles.

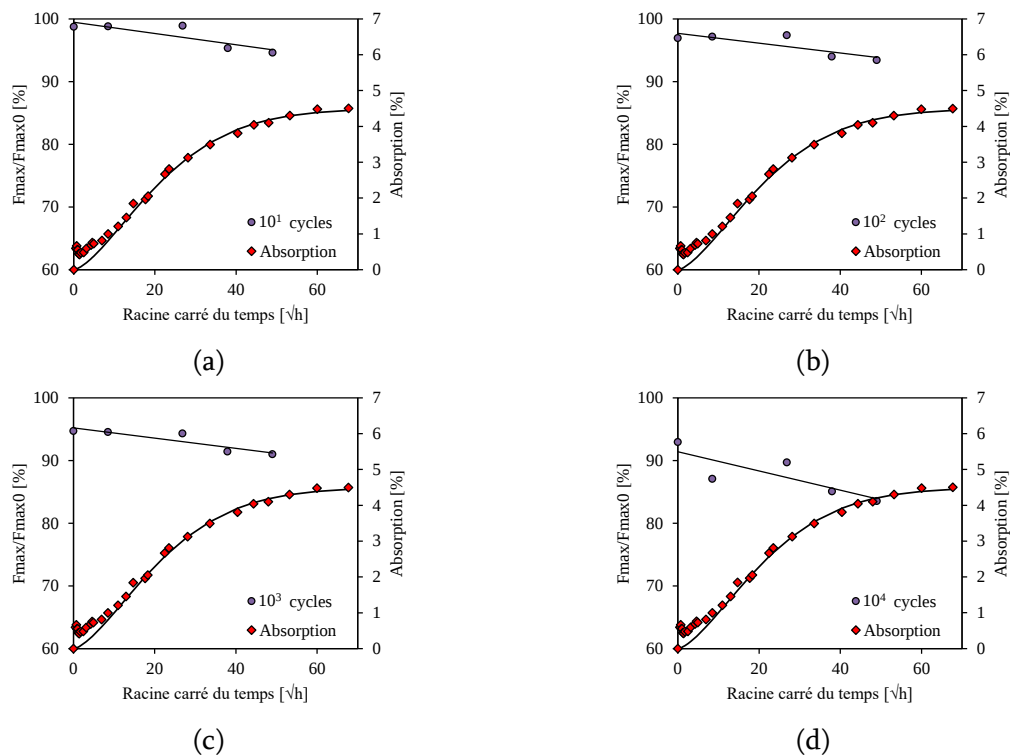


Figure 4. 15. Evolution de la rigidité (F_{max}/F_{0max}) en fonction de la durée d'immersion du sandwich S4C à âme avec quatre cellules pour différents nombres de cycles de fatigue : a) 10 cycles, b) 10² cycles, c) 10³ cycles et d) 10⁴ cycles.

4.4.2. Amortissement des sandwichs en fatigue

La capacité à dissiper l'énergie est une des caractéristiques des formes auxétiques. Ces formes dissipent plus d'énergie lorsqu'elles sont utilisées en tant qu'âmes des sandwichs soumises à des sollicitations mécaniques. Les essais de fatigue permettent de quantifier l'énergie potentielle emmagasinée ainsi que l'énergie dissipée par le sandwich afin de calculer l'amortissement. La méthode des trapèzes utilisée pour les composites dans la section 4.2.3. est adoptée aussi pour le calcul des énergies dans le cas des matériaux sandwichs soumis à des sollicitations en flexion .

L'évolution de l'énergie dissipée en fonction du nombre de cycles des quatre sandwichs et pour quatre durées d'immersion (non vieilli et vieilli 3, 30, 60 jours) est présentée dans la figure 4.16. On note que l'énergie dissipée décroît légèrement au cours des premiers cycles qui est la conséquence de la dégradation de la force appliquée pour un déplacement donné. Puis, elle se stabilise et devient pratiquement constante pour les nombres de cycles élevés.

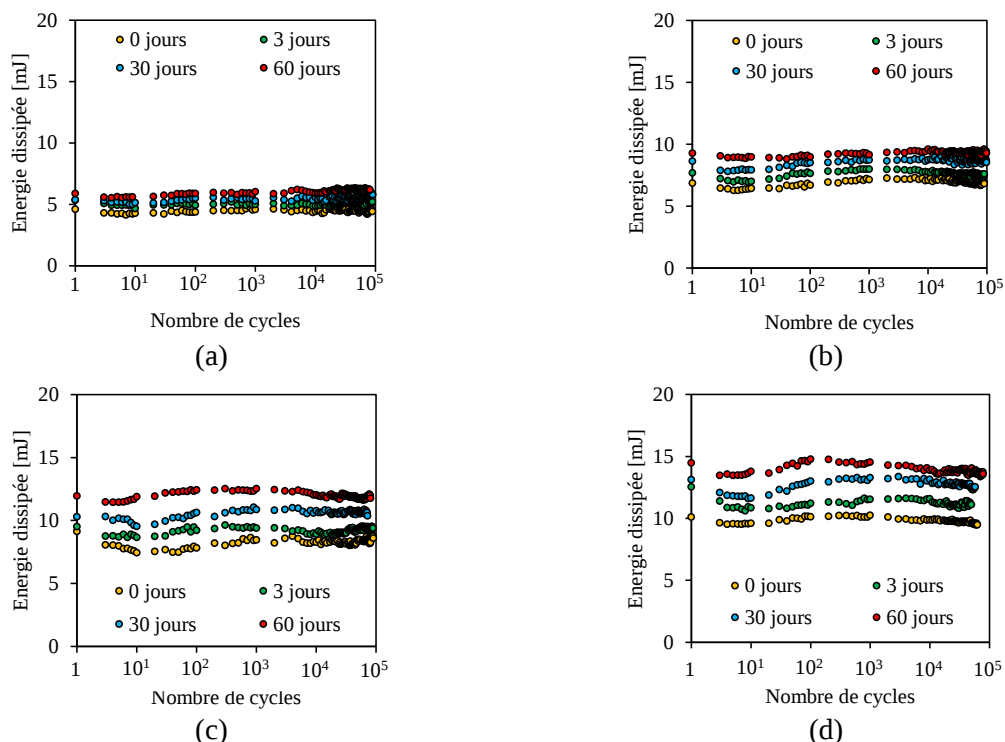


Figure 4. 16. Energie dissipée en fonction du nombre de cycles pour différentes durées d'immersion des sandwichs à âmes avec : a) 1 cellule, b) 2 cellules, c) 3 cellules et d) 4 cellules.

On constate aussi que le taux d'absorption de l'eau a une grande influence sur l'énergie dissipée. En effet, pour les quatre sandwichs, l'énergie dissipée augmente avec

l'augmentation de la durée d'immersion. L'énergie dissipée dépend aussi du nombre de cellules de l'âme. Le sandwich avec une âme de plus grand nombre de cellules dissipe plus d'énergie que les autres.

Comme pour la peau en composite, l'amortissement en fatigue des sandwichs est calculé à partir des énergies potentielle et dissipée par l'équation (4.6). Les résultats sont donnés dans la figure 4.17. Cette figure présente l'évolution de l'amortissement en fatigue en fonction du nombre de cycles (avec une échelle semi-logarithmique) pour les quatre sandwichs et pour quatre durées d'immersion. Les résultats montrent une légère diminution durant les premiers cycles, suivie d'une phase croissante pour des nombres de cycles élevés. On constate aussi que l'amortissement augmente en fonction de la durée d'immersion quelque soit le sandwich.

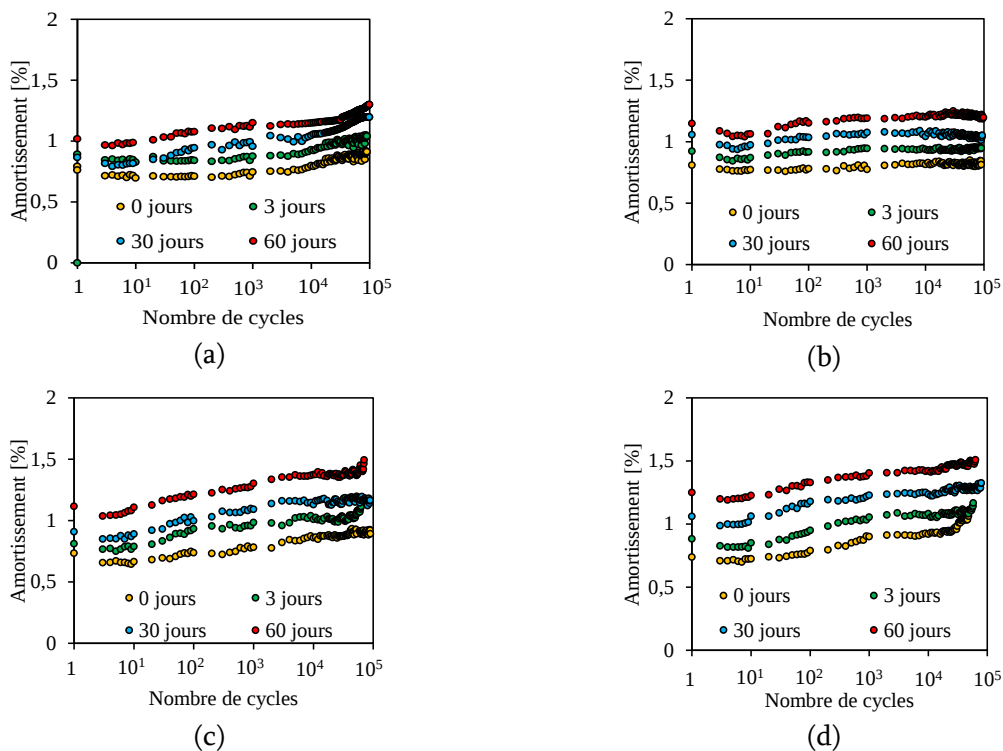


Figure 4. 17. Evolution de l'amortissement en fonction du nombre de cycles à différentes durées d'immersion des sandwichs à âme avec : a) 1 cellule, b) 2 cellules, c) 3 cellules et d) 4 cellules.

De même, lorsque le nombre de cycles augmente, la quantité des endommagements augmente. Ainsi, sous l'effet combiné des mécanismes de friction et de l'absorption de l'eau, une quantité croissante d'énergie se trouve dissipée par effet Joule. Ce phénomène explique l'augmentation de l'amortissement observée à partir d'un certain nombre de cycles. Le taux d'absorption a un effet significatif sur l'amortissement et ceci pour les

quatre sandwiches. Il a été observé par Abakar et al. [102] des phénomènes similaires dans leur étude sur des sandwiches constitués de peaux en greenpoxy/fibres de lin et âme en liège. Ces auteurs ont montré que l'augmentation du taux d'absorption de l'eau provoque une augmentation de l'amortissement.

Enfin, l'amortissement croît avec l'augmentation du nombre de cellules de l'âme du sandwich. Il a été observé que les matériaux sandwiches à âme auxétique dissipent plus d'énergie en cisaillement à travers l'âme que d'énergie en traction/compression à travers les peaux [80]. Plus le nombre de cellules de l'âme est élevé plus d'énergie dissipée en cisaillement du sandwich augmente. Donc, l'amortissement du sandwich à âme avec quatre cellules est plus élevé que celui du sandwich à âme avec une seule cellule.

Les figures de 4.18 à 4.21 montrent de façon plus claire l'effet de la durée du vieillissement sur les valeurs de l'amortissement des différents sandwiches. Elles donnent l'évolution de l'amortissement en fonction de la durée du vieillissement pour quelques nombres de cycles (10^1 , 10^2 , 10^3 et 10^4 cycles).

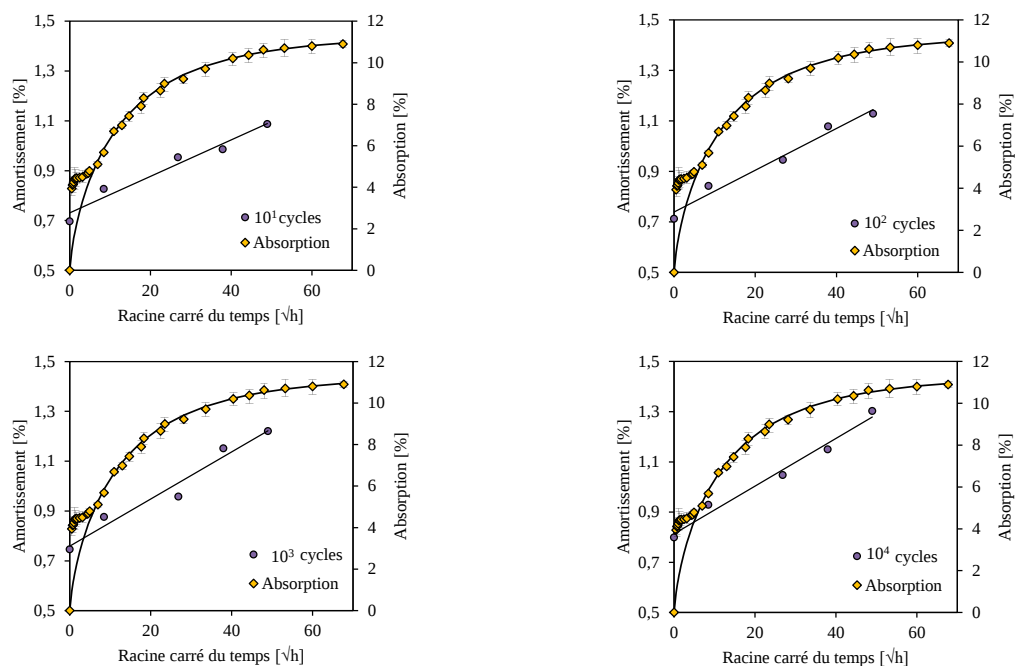


Figure 4. 18. Evolution de l'amortissement en fonction de la durée d'immersion du sandwich à âme avec une seule cellule SIC pour différents nombres de cycles de fatigue : a) 10^1 cycles, b) 10^2 cycles, c) 10^3 cycles et d) 10^4 cycles.

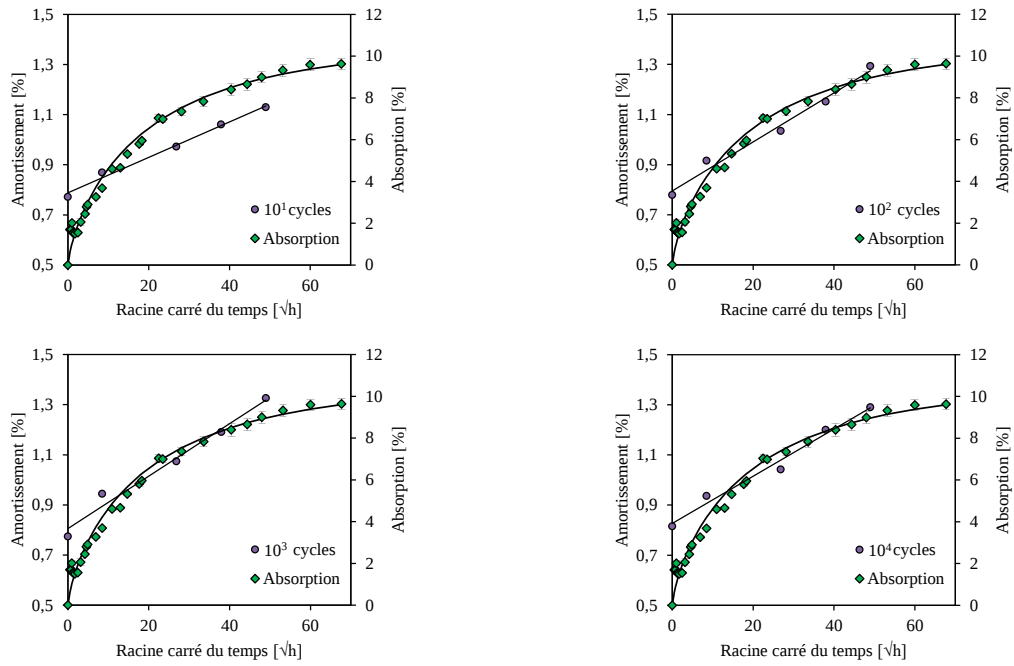


Figure 4. 19. Evolution de l'amortissement en fonction de la durée d'immersion du sandwich à âme avec deux cellules S2C pour différents nombres de cycles de fatigue : a) 10^1 cycles, b) 10^2 cycles, c) 10^3 cycles et d) 10^4 cycles.

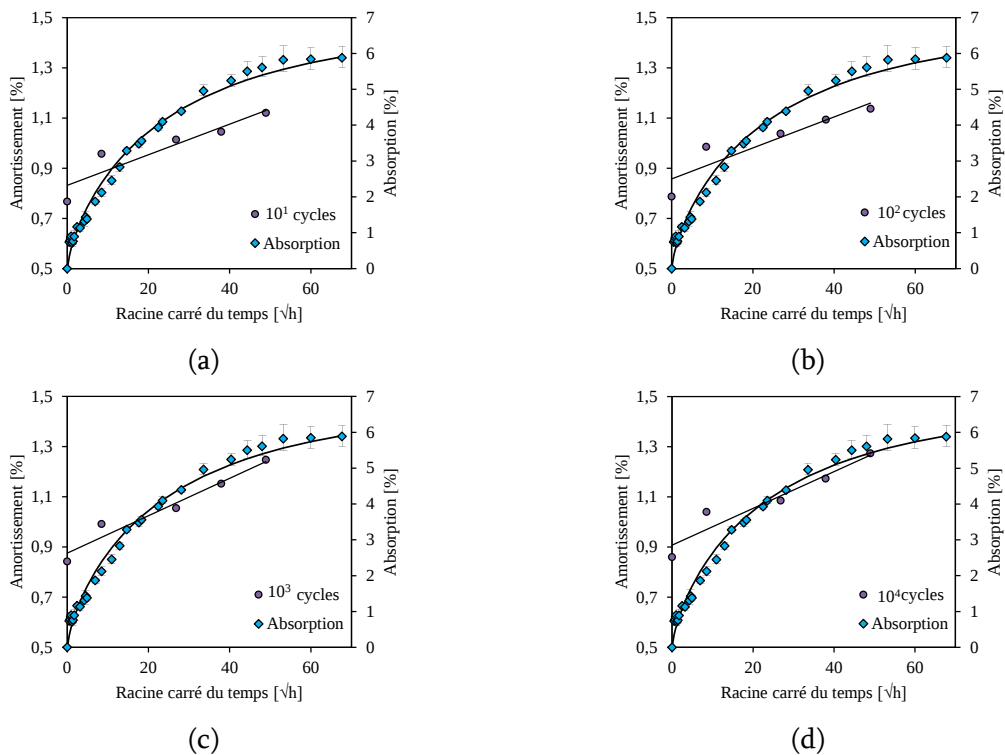


Figure 4. 20. Evolution de l'amortissement en fonction de la durée d'immersion du sandwich à âme avec trois cellules S3C pour différents nombres de cycles de fatigue : a) 10^1 cycles, b) 10^2 cycles, c) 10^3 cycles et d) 10^4 cycles.

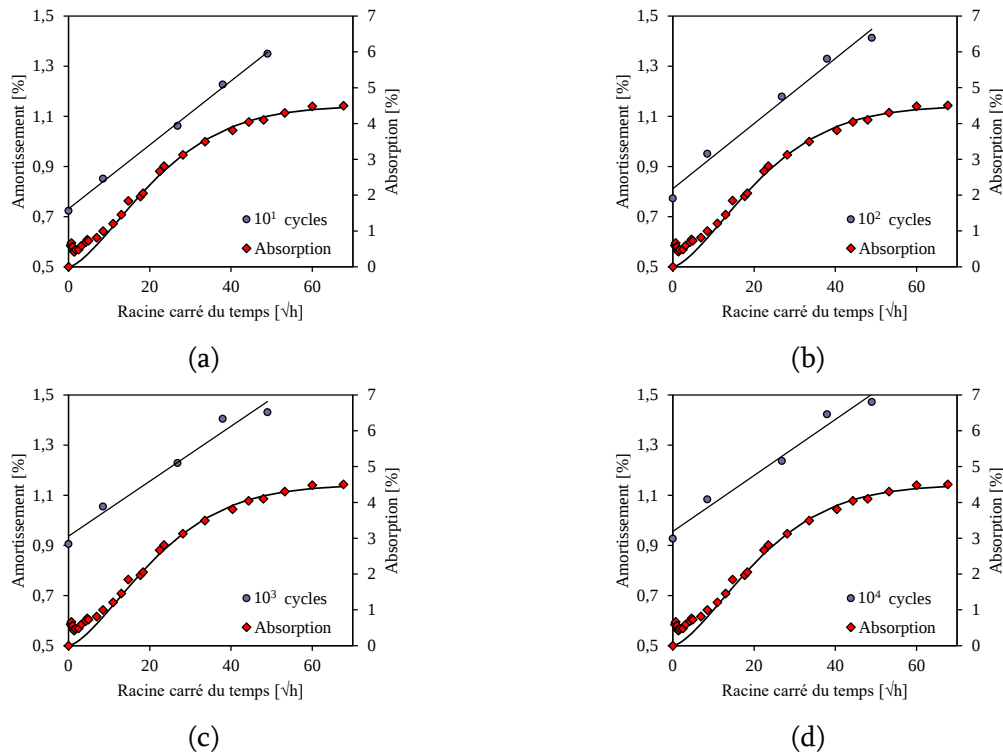


Figure 4. 21. Evolution de l'amortissement en fonction de la durée d'immersion du sandwich à âme avec quatre cellules S4C pour différents nombres de cycles de fatigue : a) 10^1 cycles, b) 10^2 cycles, c) 10^3 cycles et d) 10^4 cycles.

Pour les quatre sandwiches l'amortissement augmente avec la durée du vieillissement. Cette augmentation est beaucoup plus marquée lorsque le nombre de cycles de fatigue et le nombre de cellule sont élevés. Cette augmentation est engendrée par la plastification du composite suite à la pénétration des molécules d'eau.

4.4.3. Analyse des mécanismes d'endommagement

Les essais menés en fatigue sur les sandwiches sont instrumentés avec la technique d'EA afin de suivre et analyser l'évolution des mécanismes d'endommagement. Les résultats de la classification des événements acoustiques obtenus au cours de la fatigue des quatre sandwiches sont reportés dans les figures 4.22 à 4.25. Ces figures présentent les distributions de l'amplitude des signaux acoustiques en fonction du temps (Fig. 4.22.a à 4.25.a), la chronologie d'apparition des classes d'émission acoustique (Fig. 4.22.b à 4.25.b) et l'analyse en composantes principales (Fig. 4.22.c à 4.25.c). A titre d'exemple, l'effet du vieillissement est illustré en considérant quatre durées d'immersion (non vieilli et vieilli 3, 30 et 60 jours). Seules deux classes d'événements acoustiques sont observées au cours des essais de fatigue des quatre sandwiches à quatre durées de vieillissement. Ces deux classes

apparaissent simultanément dès le début de l'essai et d'une manière précoce pour les sandwichs vieillis. Les deux classes possèdent des amplitudes comprises entre 38 et 75 dB. Des zones de chevauchement entre les différentes classes sont observées dans la distribution des amplitudes d'événements en fonction du temps. L'analyse en composantes principales est utilisée pour améliorer l'affichage des résultats de la classification des données acoustiques.

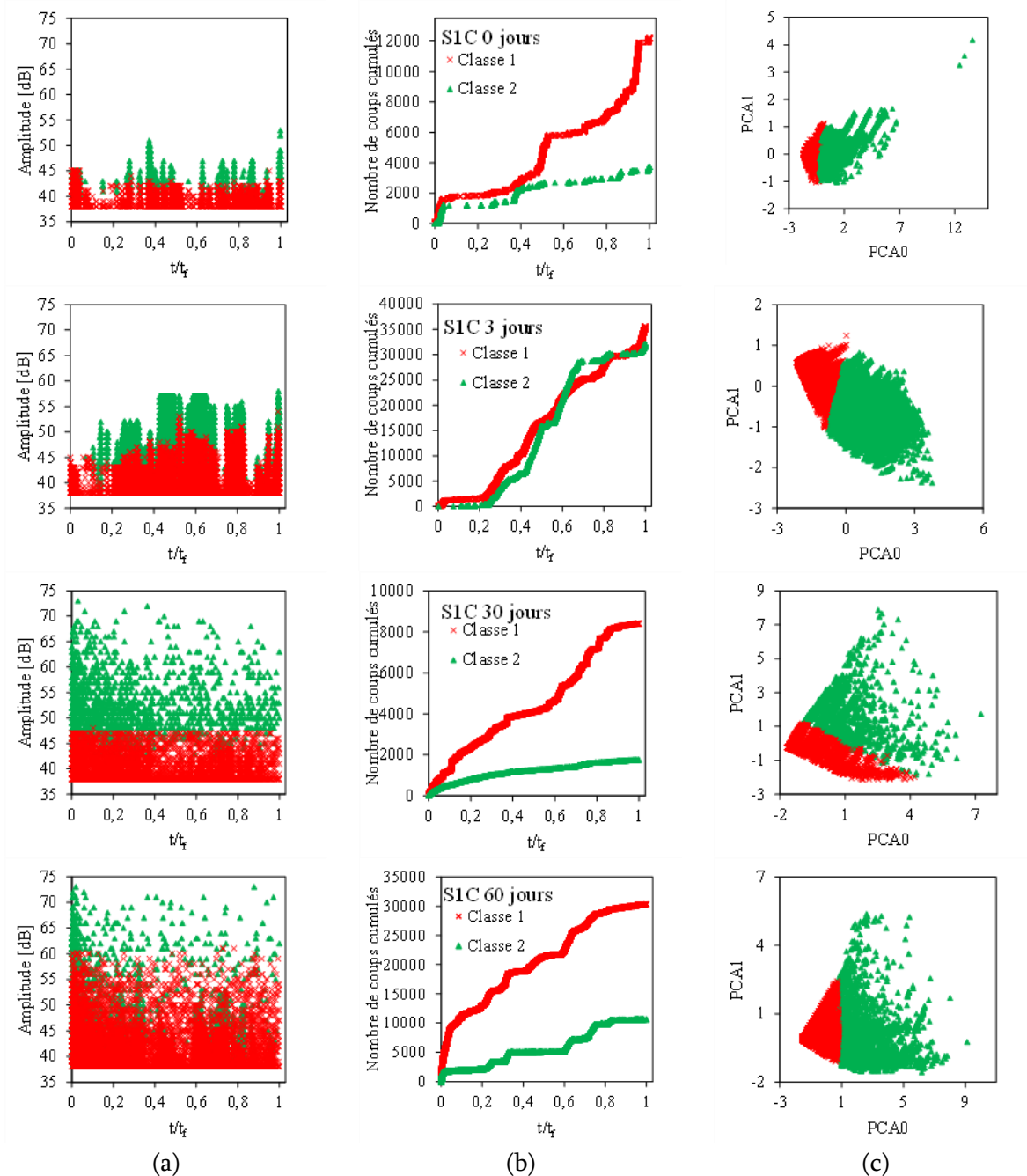


Figure 4. 22. Analyse des données acoustiques du sandwich S1C à âme avec 1 cellule pour différentes durées d'immersion : a) Représentation des événements en Amplitude/Temps, b) Chronologie d'apparition et évolution des classes et c) Analyse en composantes principales.

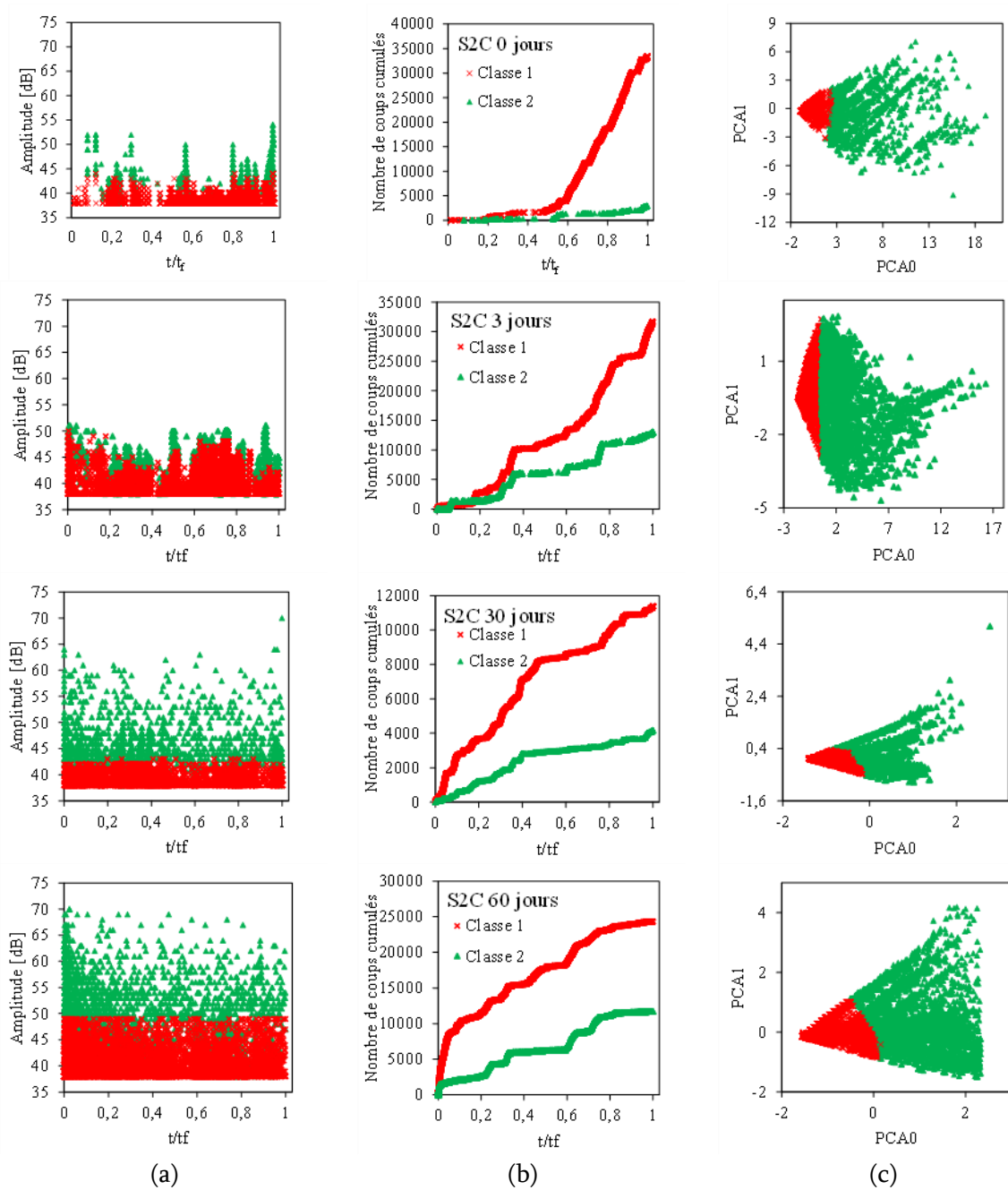


Figure 4. 23. Analyse des données acoustiques du sandwich S2C à âme avec 2 cellules pour différentes durées d'immersion : a) Représentation des évènements en Amplitude/Temps, b) Chronologie d'apparition et évolution des classes et c) Analyse en composantes principales.

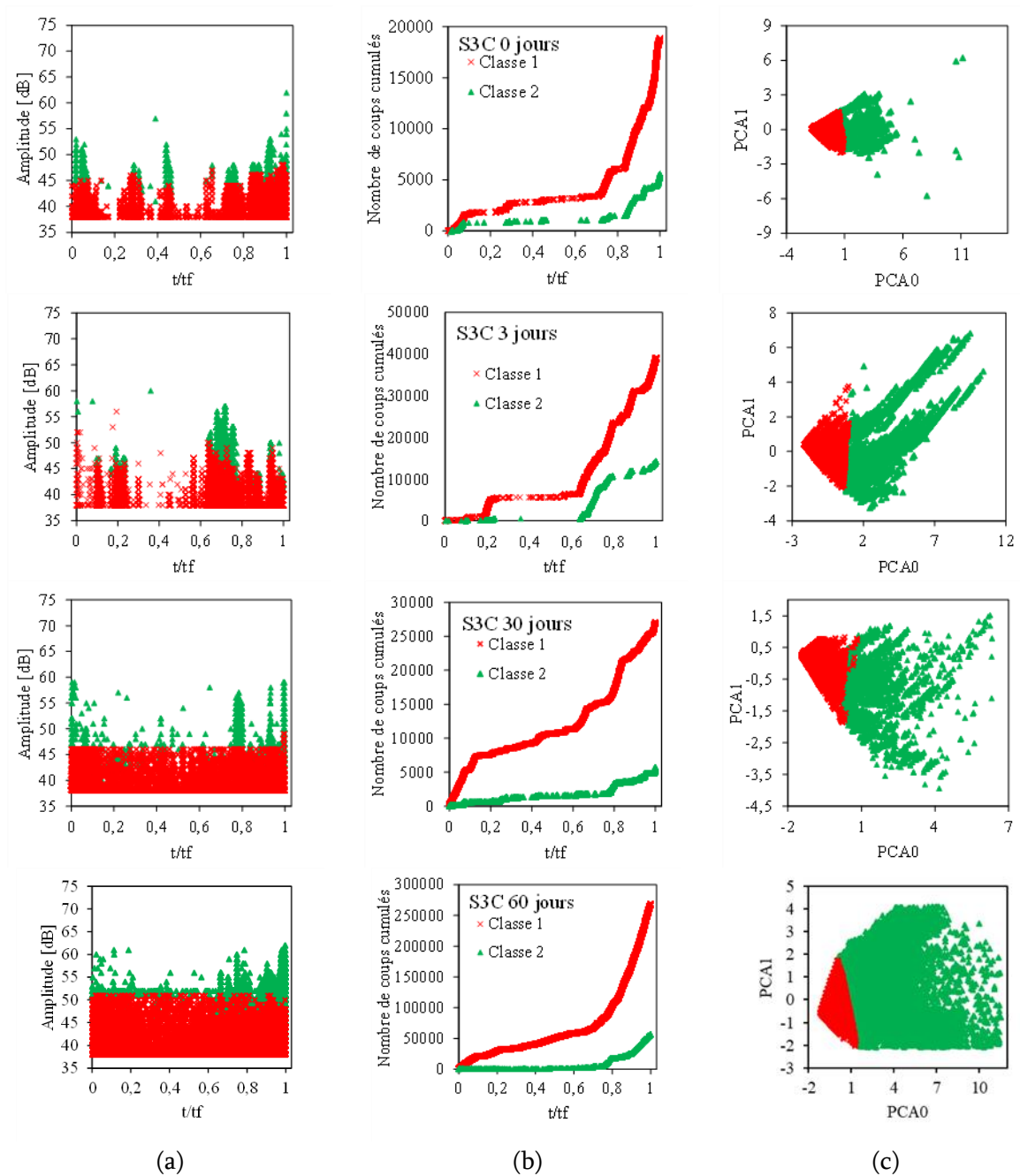


Figure 4. 24. Analyse des données acoustiques du sandwich à âme avec 3 cellules pour différentes durées d'immersion : a) Représentation des évènements en Amplitude/Temps, b) Chronologie d'apparition et évolution des classes et c) Analyse en composantes principales.

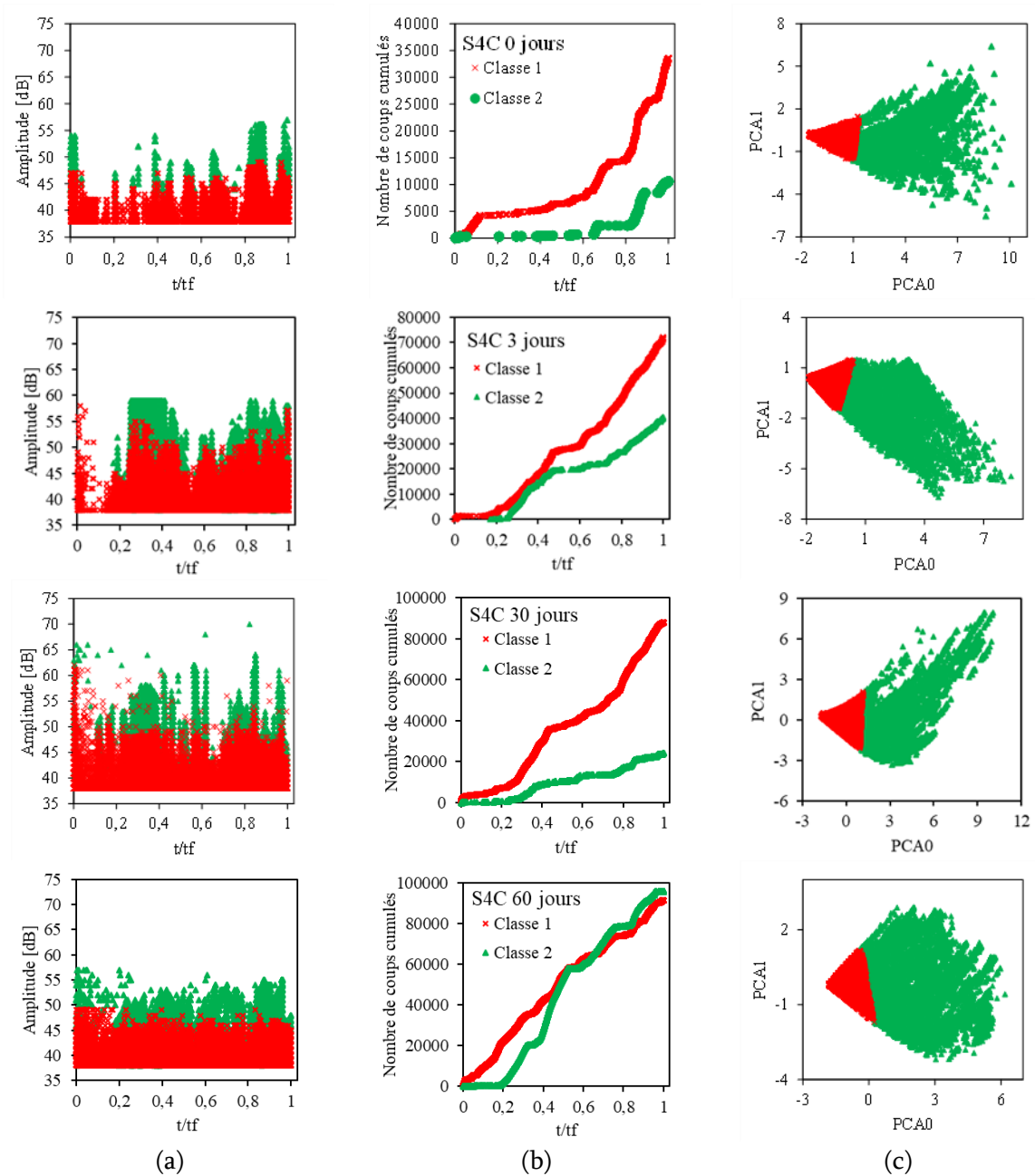


Figure 4. 25. Analyse des données acoustiques du sandwich à 4 cellules pour différentes durées d'immersion : a) représentation des événements en Amplitude/Temps, b) chronologie d'apparition et évolution des classes et c) analyse en composantes principales.

4.5. Conclusion

Ce chapitre a présenté l'effet de l'absorption de l'humidité sur le comportement mécanique de la peau composite et des sandwichs à différentes âmes auxétiques réentrantes soumis à des sollicitations dynamiques avec suivi des mécanismes d'endommagement par la technique d'émission acoustique.

Le comportement en fatigue cyclique de la peau sollicitée en traction et des sandwichs sollicités en flexion 3-points est étudié. La rigidité, l'énergie dissipée ainsi que l'amortissement sont utilisés pour examiner l'évolution des caractéristiques mécaniques de ces matériaux en fonction de la durée d'immersion. Les résultats montrent que la rigidité diminue avec l'augmentation du taux d'absorption de l'eau. D'autre part, l'énergie dissipée et l'amortissement augmentent avec la durée d'immersion. Aussi, l'amortissement croît avec l'augmentation du nombre de cellules dans la largeur de l'âme des sandwichs. En effet, l'eau absorbée, le nombre de cellules ainsi que le nombre cycles de fatigue vont augmenter la quantité d'énergie dissipée ce qui fait augmenter l'amortissement.

Quant à l'identification des défauts par émission acoustique, la classification des événements acoustiques montre l'existence de deux classes issues de modes d'endommagement. La fissuration matricielle est le premier mode d'endommagement qui est prépondérant par rapport au deuxième mode qui est la décohésion fibre/matrice. Ce résultat est confirmé par des observations microscopiques des faciès de rupture de la peau et des sandwichs.

D'autre part et pour les matériaux étudiés (peau et sandwichs), il est observé que l'humidité accélère le phénomène d'apparition précoce des mécanismes d'endommagement.

Chapitre 5 : Effet du vieillissement sur le comportement vibratoire

Résumé

Ce chapitre présente une analyse expérimentale et une simulation par éléments finis de l'effet du vieillissement hydrique sur le comportement vibratoire de la peau composite et des sandwichs.

Nous nous sommes intéressés, dans un premier temps, à l'identification de l'amortissement et des propriétés élastiques de ces matériaux et à leur évolution en fonction de la fréquence et de la durée du vieillissement. L'étude expérimentale de la réponse en fréquence à une impulsion, menée à l'aide d'un vibromètre laser, a permis de mesurer l'amortissement et les propriétés élastiques de ces matériaux autour de chaque pic de résonance.

Dans un second temps, une analyse par éléments finis du comportement vibratoire de la peau composite et des sandwichs est développée. Elle a permis d'évaluer l'amortissement et les propriétés élastiques de ces matériaux en fonction de la fréquence et la durée de vieillissement. Une bonne corrélation entre les résultats des essais expérimentaux et des simulations numériques est obtenue pour les matériaux non vieillis et vieillis.

5.1. Introduction

Les industriels sont préoccupés par le problème de vibration des structures. La connaissance et la maîtrise de l'amortissement sont nécessaires pour minimiser divers impacts négatifs, notamment l'usure structurelle et le transfert de vibrations à d'autres systèmes. Comparativement aux matériaux métalliques, les composites présentent souvent de fortes performances mécaniques ainsi que de bonnes qualités dissipatives, ce qui leur permet de répondre aux exigences de nombreux domaines. De nombreuses études ont été menées pour examiner les caractéristiques dynamiques des composites, en particulier l'amortissement. Le pouvoir amortissant de ce type de matériau se traduit par une dissipation d'énergie qui dépend de plusieurs facteurs tels que la composition du matériau. Dans le cas des matériaux sandwichs, le type de l'âme influe sur la quantité d'énergie dissipée. La prise en compte de l'effet de vieillissement hydrique sur les propriétés dynamiques du composite est indispensable pour pouvoir les utiliser dans tous les milieux (sec et humide).

Dans ce cadre, l'effet du vieillissement hydrique sur le comportement en vibration de la peau composite et des sandwichs à âme auxétique à base de PLA et fibres courtes de lin sera étudié dans ce chapitre. Les essais de vibration de la peau composite et des sandwichs en configuration encasturé-libre seront effectués pour plusieurs durées d'immersion afin de déterminer l'effet de l'absorption de l'eau sur leurs propriétés dynamiques. Comme pour les chapitres précédents quatre sandwichs à âme auxétique réentrante sont étudiés. Ils sont constitués de peaux composites et une âme avec 1, 2, 3 ou 4 cellules dans la largeur (Voir tableau 2.5).

Enfin, une modélisation numérique par éléments finis sera développée pour évaluer le comportement des matériaux.

5.2. Méthodes expérimentales d'analyse modale

Les fréquences propres d'une poutre composite en flexion peuvent être calculées en analysant son comportement en vibrations libres ou forcées. Pour étudier le comportement en vibrations libres, une excitation ponctuelle est créée avec un marteau d'impact. Ensuite, à l'aide d'un vibromètre laser mono-point, des mesures de la réponse de

la poutre peuvent être réalisées. Pour analyser le comportement en vibrations forcées, une gamme de fréquences est balayée en utilisant un pot vibrant sur lequel est fixée la poutre.

Dans notre étude, une configuration encastree/libre est adoptée, l'analyse modale expérimentale de la poutre soumise à une excitation proche de l'extrémité encastree est réalisée en mesurant la réponse à l'extrémité libre. La fonction de réponse en fréquence (FRF) présente la réponse observée, à l'excitation, du matériau, en fonction de la fréquence et sera ensuite utilisée pour identifier ses caractéristiques modales. Les diagrammes dans le plan de Bode et le plan de Nyquist sont les représentations les plus typiques d'une FRF. Les diagrammes dans le plan de Bode montrent l'évolution du module ou de l'amplitude en fonction de la fréquence, ainsi que l'évolution de la phase. Quant aux diagrammes dans le plan de Nyquist, ils décrivent l'évolution de la partie imaginaire du signal complexe par rapport à sa partie réelle. Les modes de résonance dans un plan de Bode correspondent aux pics observés ainsi qu'à une phase de $\pi/2$. La figure 5.1 présente les deux exemples de FRF.

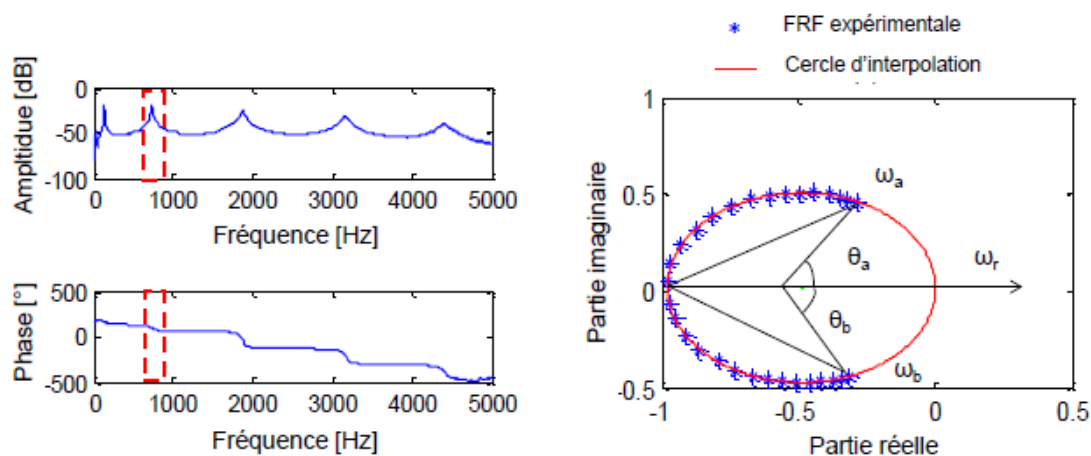


Figure 5. 1. Exemple de FRF d'un sandwich : a) Diagramme dans le plan de Bode et b) Représentation du mode 2 dans le plan de Nyquist [149].

Plusieurs autres méthodes de mesure des caractéristiques modales peuvent être dérivées des représentations acquises de la FRF. Les méthodes les plus utilisées sont la méthode de "Circle Fitting" [169] et la méthode de "la bande passante" [169].

La deuxième approche, dite "bande passante" [169], consiste à isoler chaque pic de résonance de la FRF et à l'analyser. Cette approche de bande passante (-3dB) est décrite

dans le paragraphe suivant et elle est utilisée pour traiter les résultats des essais expérimentaux.

5.2.1. Méthode de la bande passante à -3 dB

La méthode de la bande passante à -3 dB consiste à séparer les pics de résonance de la FRF et les traiter. Cette méthode permet de déterminer les fréquences propres ainsi que l'amortissement. La figure 5.2 illustre la méthode de calcul.

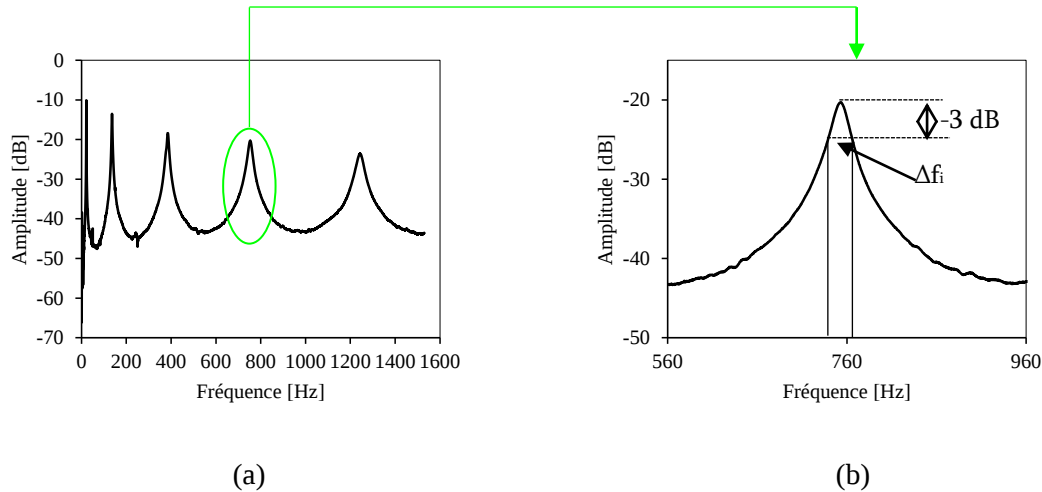


Figure 5. 2. Méthode de la bande passante à -3dB : a) Représentation de la FRF, b) Isolation d'un pic de résonance.

Pour chaque pic isolé, la bande passante à -3 dB est définie par rapport à la valeur maximale de l'amplitude. La différence des fréquences correspond à la largeur de cette bande. L'amortissement peut être calculé par l'équation (5.1) :

$$\eta_i = \frac{\Delta f_i}{f_i} = \frac{f_2 - f_1}{f_i} \quad (5.1)$$

Le module de Young E de la peau composite est calculé par l'équation (5.2) [29, 170] :

$$E = \frac{12\rho l^4 f_n^2}{e^2 C_n^2} \quad (5.2)$$

où ρ est la densité du matériau, l et e sont respectivement la longueur libre de la poutre et l'épaisseur dans la direction de vibration, f_n est la fréquence de résonance du $n^{\text{ième}}$ mode de flexion et C_n est un coefficient pour le $n^{\text{ième}}$ mode de vibration en configuration encasturé-libre. Les valeurs de C_n sont les suivants :

$C_1 = 0,55959$, $C_2 = 3,5069$, $C_3 = 9,8194$ et $C_n = (\pi/2) \times (n - 0.5)^2$ pour $n > 3$ [171].

Dans le cas des matériaux sandwichs, en plus du coefficient d'amortissement, nous avons opté pour le calcul de la rigidité équivalente pour chaque mode de flexion. Cette rigidité est donnée par l'équation (5.3) [172] :

$$(EI)_{eq} = \left(\frac{m}{L}\right)(2\pi f_n)^2 \left(\frac{l^2}{(\beta_n l)^2}\right)^2 \quad (5.3.)$$

où m est la masse du sandwich, L et l sont respectivement la longueur totale et libre, f_n est la fréquence de résonance du $n^{\text{ième}}$ mode de flexion et $(\beta_n l)$ est un coefficient pour le $n^{\text{ième}}$ mode de vibration en configuration encasté-libre. Les valeurs de $(\beta_n l)$ sont les suivants :

$\beta_1 l = 1,8751$, $\beta_2 l = 4,66940$, $\beta_3 l = 7,8547$, $\beta_4 l = 10,9955$, $\beta_5 l = 14,1371$ et $\beta_n l = (\pi/2) \times (2n - 1)$ pour $n > 5$ [173].

5.2.2. Protocole expérimental

La méthode expérimentale d'excitation par impact est appliquée afin de déterminer les caractéristiques vibratoires de la peau composite d'une part et des sandwichs d'autre part. L'effet de l'humidité sur le comportement vibratoire est illustré en considérant plusieurs durées de vieillissement.

La figure 5.3 présente le dispositif expérimental en configuration encastée/libre.

Les éprouvettes ont une largeur de 25 mm, une épaisseur de 5 mm pour la peau composite et de 7 mm pour le sandwich (2mm pour les peaux et 5 mm pour l'âme). Afin d'éviter d'endommager le sandwich lors du serrage au niveau de l'encastrement, un bloc de 40 mm de longueur a été imprimé avec toutes les éprouvettes. Trois longueurs, 170 mm, 200 mm et 230 mm, ont été testées pour faire varier les fréquences de résonance.

A proximité de l'encastrement, le matériau est excité à l'aide d'un marteau d'impact (PCB084A14). A l'extrémité libre et les signaux sont détectés à l'aide d'un vibromètre laser (OFV 303 Sensor Head). Ensuite, ces signaux sont numérisés avec la carte d'acquisition et traités avec le logiciel NVGate.

Pour tous les matériaux testés, chaque essai a été répété plusieurs fois et les cinq meilleures acquisitions ont été retenues et moyennées pour tracer la FRF finale. De plus, pour prendre en compte la variabilité des propriétés des différents constituants, un minimum de trois éprouvettes ont été testées pour les différentes durées d'immersion.

La fonction de réponse en fréquence (FRF) a été examinée avec une boucle automatisée développée sous MATLAB. Suite à cette analyse, les amortissements et les fréquences des modes de résonances sont déterminés. Par la suite, le module de Young et les modules équivalents décrits dans les équations (5.2) et (5.3) ont été déduits.

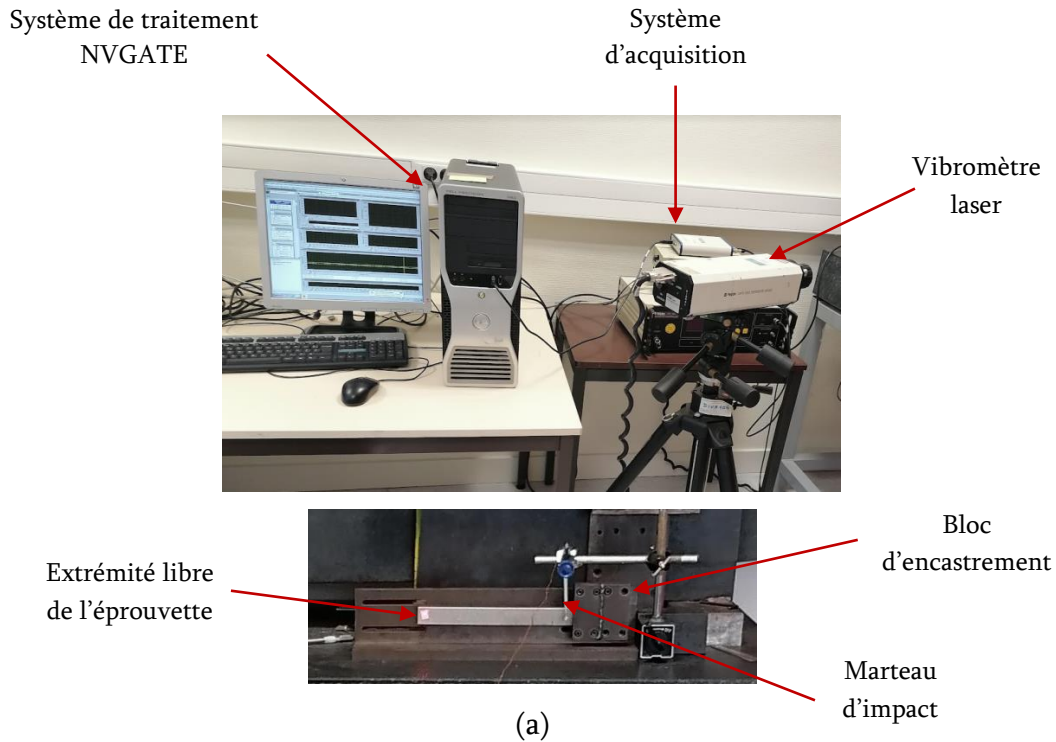


Figure 5. 3. Dispositif expérimental de vibration

5.3. Effet du vieillissement sur le comportement vibratoire de la peau composite

5.3.1. Effet du vieillissement sur le module de Young

La figure 5.4.a présente l'évolution du module de Young de la peau composite en fonction de la fréquence de vibration pour différentes durées d'immersion (non vieilli et vieilli 3, 30 et 40 jours). Quelque soit la durée d'immersion, le modules de Young diminue légèrement lorsque la fréquence augmente. Cette diminution est principalement liée à la structure des fibres de lin et à la dégradation de l'interface fibre/matrice au cours de la vibration. D'autre part, les modules de Young des composites diminuent avec la durée d'immersion. A faible fréquence, le module décroît de 3.5 %, 6.75 % et 10.22 % après respectivement 3, 30 et 45 jours d'immersion. Pour bien illustrer l'effet de l'absorption de l'eau, la figure 5.4.b présente la courbe d'absorption ainsi que les courbes des modules de Young pour 3 fréquences données (250, 1000 et 2500 Hz). Les résultats montrent que les

modules de Young diminuent avec l'augmentation du taux d'absorption de l'eau. Pour une fréquence de 250 Hz, le module a une valeur de l'ordre de 2.3 GPa pour le composite non vieilli pour atteindre une valeur de l'ordre 1,9 GPa à saturation. Cette diminution est beaucoup plus prononcée pour des valeurs de fréquences élevées (2500 Hz).

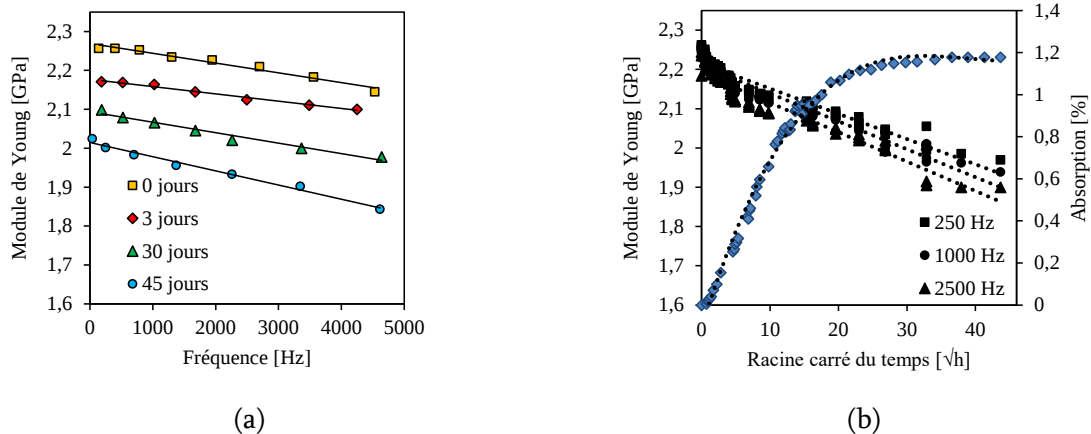


Figure 5. 4. Evolution du module de Young de la peau composite : a) en fonction de la fréquence pour différentes durées d'immersion et b) en fonction de la durée d'immersion pour trois fréquences.

La présence de l'eau au sein du matériau composite rend les zones de transition entre les différentes composantes hydrophiles des fibres de lin fragiles et dégradables. C'est cet affaiblissement qui engendre par la suite la diminution des propriétés mécaniques de la peau composite. Ces phénomènes de dégradation ont été aussi observés par Le Duigou et al. [146] sur des composites PLA/lin en immersion dans l'eau de mer. Ils ont montré que l'affaiblissement des propriétés est dû au décollement des fibres et à la solubilité de certains composants du composite. En plus, la perte des propriétés mécaniques peut être provoquée par la plastification de la matrice et des fibres de lin. Célineo et al. [76] sont amenés aux mêmes conclusions. Ils ont déduit que la pénétration des molécules de l'eau dans le réseau des chaînes macromoléculaires des fibres de lin conduit à la formation de liaisons hydrogène entre l'eau et les sites hydrophiles des fibres de manière à diminuer le module. En plus, ils ont précisé qu'à partir d'un certain niveau de teneur en eau, le matériau devient plus flexible et souple.

5.3.2. Effet du vieillissement sur l'amortissement

L'évolution de l'amortissement en fonction de la fréquence de vibration de la peau composite non vieilli et vieilli est illustrée dans la figure 5.5 pour trois durées

d'immersion (3, 30 et 40 jours). Malgré les nombreux essais, on note un chevauchement entre les résultats des différentes durées d'immersion. Ces résultats montrent que l'amortissement augmente avec la fréquence de vibration. La valeur de l'amortissement est de l'ordre de 1,6% à faible fréquence et pour un matériau non vieilli pour atteindre une valeur de 3,3% pour un matériau vieilli pendant 40 jours à une fréquence de 4500 Hz.

Ainsi, pour évaluer l'effet du vieillissement sur l'amortissement, les résultats de trois fréquences (250, 1000 et 2500 Hz) sont superposés à la courbe d'absorption en fonction de la durée d'immersion.

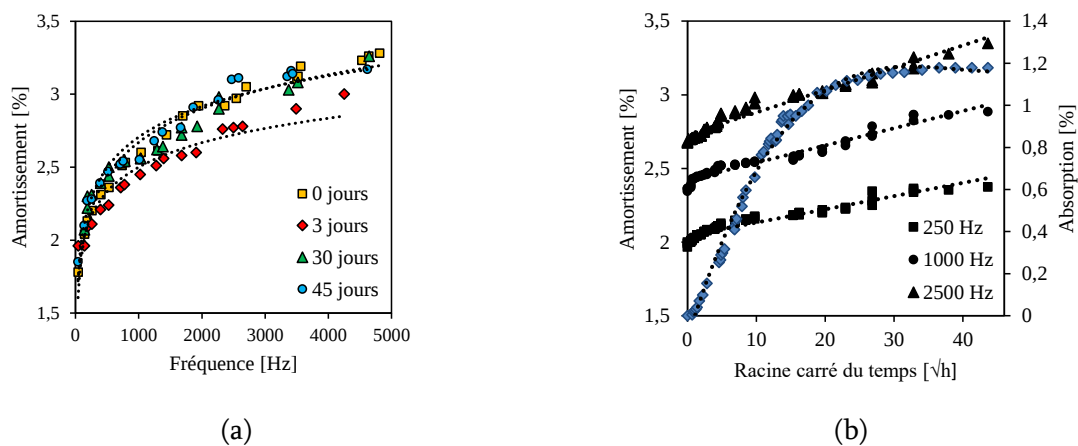


Figure 5. 5. Evolution de l'amortissement de la peau composite : a) en fonction de la fréquence pour différentes durées d'immersion et b) en fonction de la durée d'immersion pour trois fréquences.

Ces courbes montrent que, pour une fréquence donnée, l'amortissement augmente avec la durée d'immersion. Cette augmentation peut être attribuée aux énergies dissipées à cause de la déformation des fibres due à l'absorption de l'eau d'une part. D'autre part, l'absorption de l'eau facilite le frottement entre les différents composants des fibres de lin et de la matrice ce qui peut entraîner l'augmentation de l'amortissement.

5.4. Effet du vieillissement sur le comportement vibratoire des sandwichs

5.4.1. Effet du vieillissement sur la rigidité équivalente

Les essais de vibration sont effectués sur les quatre sandwichs avec les différentes âmes de cellules auxétiques et pour différentes durées de vieillissement jusqu'à saturation.

Les résultats sont présentés sur la figure 5.6. Cette figure donne l'évolution de la rigidité équivalente calculée à partir de l'équation (5.3) en fonction de la fréquence et pour différentes durées d'immersion (non vieilli et vieilli 10, 30 et 60 jours). Ces résultats

montrent que la rigidité équivalente dépend à la fois de la fréquence de vibration et du taux d'absorption et évolue de la même manière pour les quatre sandwichs. La rigidité équivalente diminue avec l'augmentation de la fréquence et cette diminution est d'autant plus importante que la durée d'immersion élevée. En effet, la présence des molécules de l'eau au sein du matériau biosourcé entraîne un affaiblissement des liaisons macromoléculaires qui le constituent.

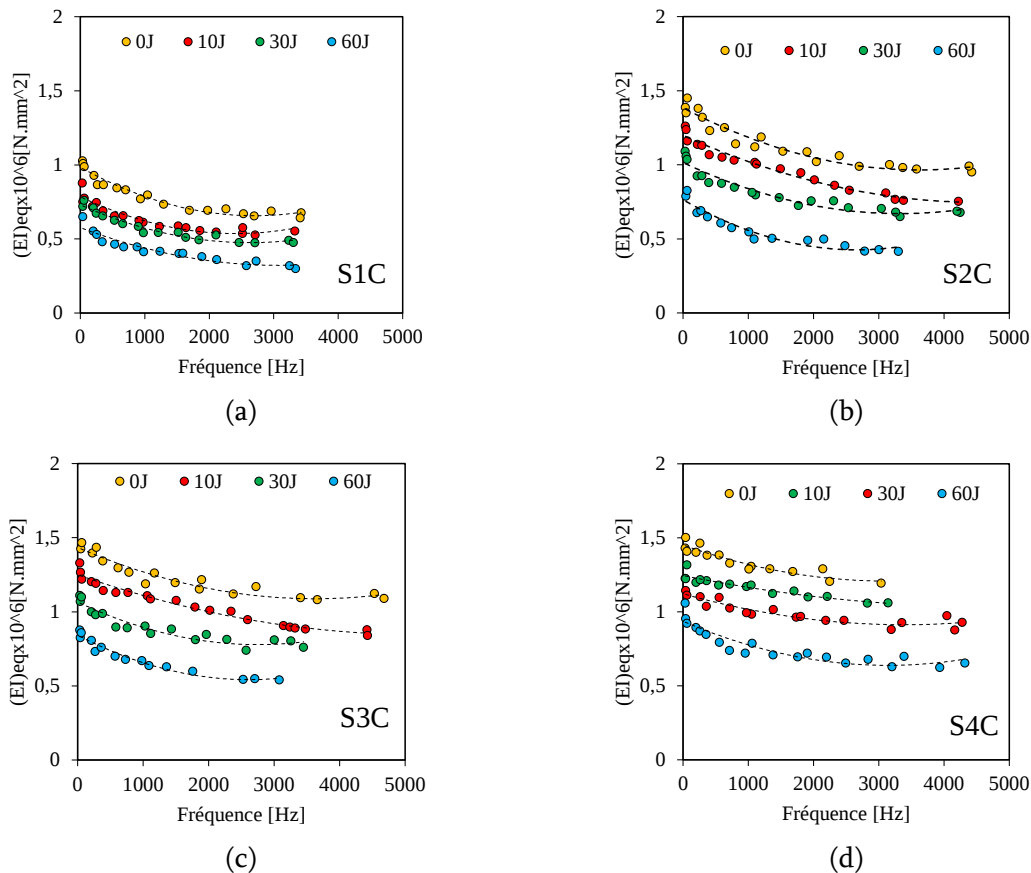


Figure 5. 6. Evolution de la rigidité équivalente en fonction de la fréquence pour différentes durées d'immersion du sandwich à âme auxétique avec : a) 1 cellule S1C, b) 2 cellules S2C, c) 3 cellules S3C et d) 4 cellules S4C.

La modification des propriétés mécaniques du composite par le vieillissement est potentiellement due au phénomène de décohésion ou par la génération de microfissures dans la matrice. Pantaloni et al [174] ont montré que les deux types d'endommagements sont liés à l'absorption de l'eau par le composite biosourcé.

Afin de mettre en évidence l'effet du vieillissement sur la rigidité équivalente, la figure 5.7 présente les courbes des rigidités équivalentes associées aux courbes d'absorption pour 3 fréquences données (250, 1000 et 2500 Hz). Là aussi, il a été relevé

une diminution de la rigidité équivalente avec l'augmentation du taux d'absorption de l'eau.

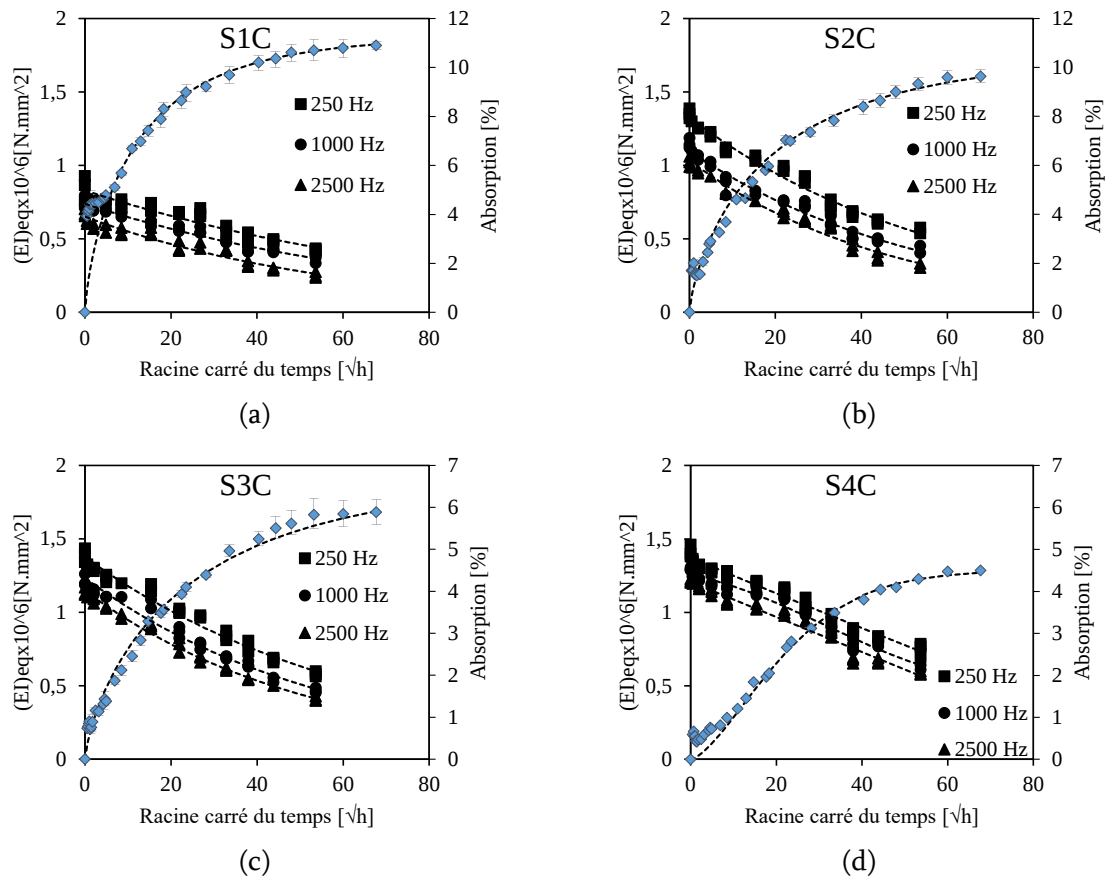


Figure 5. 7. Evolution de la rigidité équivalente en fonction de la durée d'immersion pour trois fréquences du sandwich à âme auxétique avec : a) 1 cellule S1C, b) 2 cellules S2C, c) 3 cellules S3C et d) 4 cellules S4C.

5.4.2. Effet du vieillissement sur l'amortissement

Comme pour les caractéristiques élastiques, l'amortissement a été déduit au pic de résonance. La figure 5.8 illustre les résultats obtenus suite à cette analyse pour les différents sandwichs non vieillis et vieillis. Cette figure donne l'évolution de l'amortissement des quatre sandwichs, calculé par l'équation (5.1), en fonction de la fréquence et pour quatre durées d'immersion (non vieilli et vieilli 10, 30 et 60 jours). Ce résultat révèle que l'amortissement augmente avec la fréquence de vibration. Cette augmentation est beaucoup plus marquée que la durée de vieillissement est élevée. A titre d'exemple, dans le cas du sandwich avec âme d'une cellule (Fig. 5.8.a), pour des fréquences allant de 0 et 3000 Hz, la valeur de l'amortissement passe 2,2% à 3% pour le sandwich non vieilli et de 3,2% à 4,5% pour le sandwich immergé 60 jours dans l'eau.

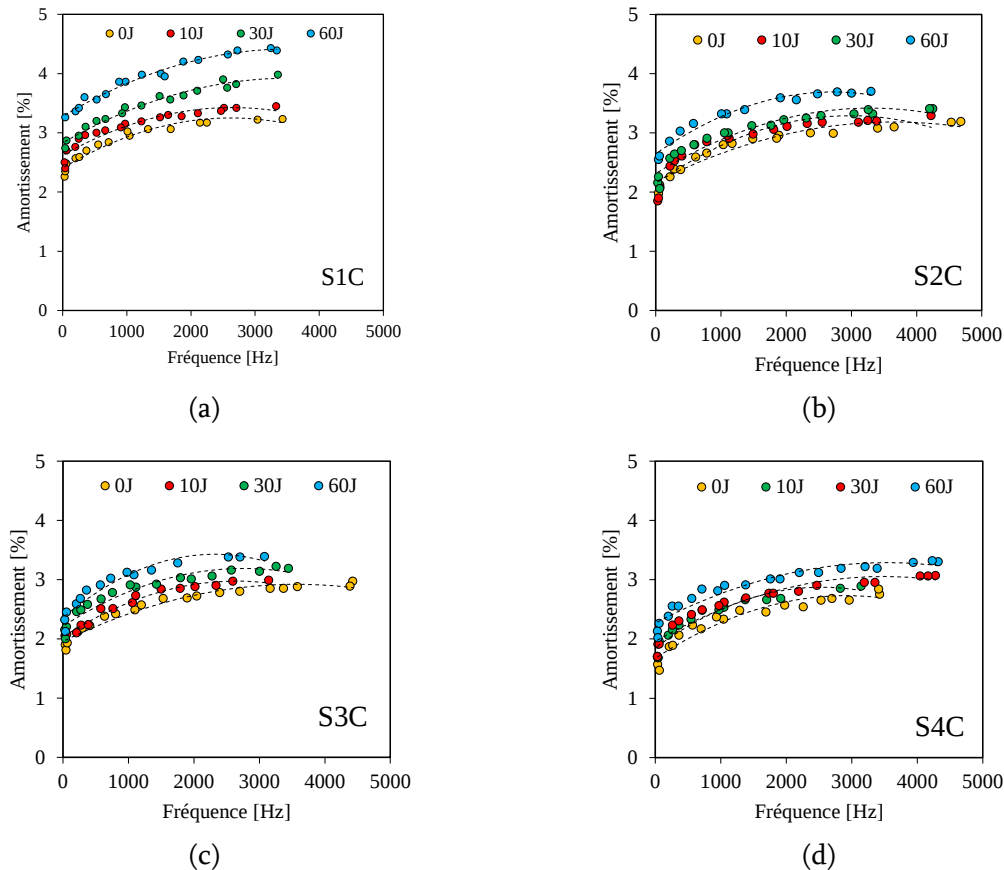


Figure 5. 8. Evolution de l'amortissement en fonction de la fréquence pour différentes durées d'immersion du sandwich à âme auxétique avec : a) 1 cellule S1C, b) 2 cellules S2C, c) 3 cellules S3C et d) 4 cellules S4C.

L'effet du vieillissement sur l'amortissement des sandwichs est donné dans la figure 5.9. Cette figure présente l'évolution l'amortissement, associé à l'absorption, en fonction de la durée d'immersion des quatre sandwichs et pour trois fréquences données (250, 1000 et 2500 Hz). Les résultats obtenus dans les quatre sandwichs sont similaires. Ils montrent que l'amortissement augmente avec la durée du vieillissement. Cette augmentation est beaucoup plus importante que la fréquence est élevée et le nombre de cellules dans l'âme du sandwich est faible.

L'augmentation de l'amortissement est probablement due à la dissipation de l'énergie vibratoire à travers le matériau d'une part et par la pénétration de l'eau d'autre part. La nature viscoélastique des fibres de lin et de la matrice en PLA ainsi que les vides créés par les cellules auxétiques favorisent la dissipation de l'énergie. L'absorption de l'eau joue un rôle important dans la mobilité des chaînes macromoléculaires, responsable de l'évolution des propriétés dynamiques. Les molécules d'eau entraînent la formation des liaisons de

type hydrogène en remplaçant les liaisons dans le réseau du composite. D'autre part, l'énergie est dissipée par friction entre les différentes couches élémentaires de la fibre et aussi entre les fibres et la matrice. Une quantité d'énergie est dissipée à travers les vides des cellules auxétiques. De ce fait, les sandwichs à une seule cellule dans l'âme possèdent l'amortissement le plus élevé. A saturation et pour une fréquence de 2500 Hz, la valeur de l'amortissement est de l'ordre 4.7% pour le sandwich à âme avec une cellule alors que cette valeur n'est que 3.4% pour le sandwich à âme avec quatre cellules. La combinaison de tous ces phénomènes explique l'évolution des propriétés dynamiques.

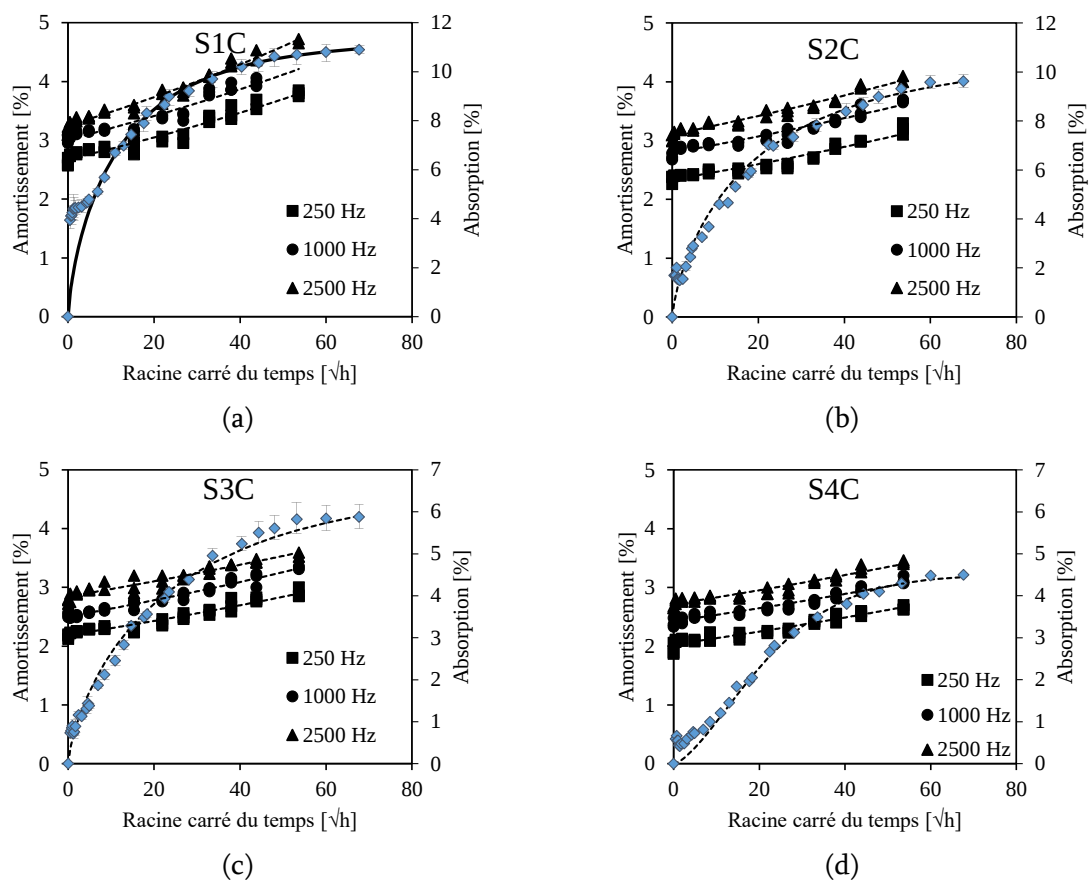


Figure 5. 9. Evolution de l'amortissement en fonction de la durée d'immersion pour trois fréquences du sandwich à âme auxétique avec : a) 1 cellule S1C, b) 2 cellules S2C, c) 3 cellules S3C et d) 4 cellules S4C.

5.5. Analyse par élément finis du comportement vibratoire

Une modélisation numérique basée sur la méthode des éléments finis est utilisée pour analyser le comportement vibratoire de la peau composite et des sandwichs. Cette modélisation consiste à mailler l'éprouvette en un certain nombre d'éléments finis de géométrie simple et soumise aux mêmes conditions que les essais expérimentaux. Ensuite,

les champs des contraintes et des déformations sont déterminés en fonction des fréquences de résonances. Les résultats de cette simulation permettent de déterminer le module de Young et l'amortissement de la peau composite et la rigidité équivalente et l'amortissement des sandwichs pour différentes durées de vieillissement.

5.5.1. Présentation du modèle éléments finis

La CAO de la peau composite et des sandwichs est réalisée à l'aide du logiciel Solidworks. Ensuite, chaque modèle géométrique est converti en instructions compatibles avec le logiciel d'éléments finis ABAQUS, avec lequel des simulations numériques ont été réalisées. Tous les modèles sont étudiés dans une configuration encastree-libre. Des conditions aux limites avec les 6 degrés de liberté en translation et en rotation sont imposés nuls, simulant ainsi l'encastrement d'une extrémité de l'éprouvette (Fig. 5.10.a). Une force nodale de 10 N est appliquée en un nœud proche de l'extrémité fixe. Elle est imposée à tous les modèles pour simuler le marteau d'impact du banc de vibration. La réponse est relevée en un nœud (point de mesure) proche de l'extrémité libre de l'éprouvette, permettant de comparer les résultats du modèle numérique et ceux des essais expérimentaux. Le comportement mécanique de la peau composite et des sandwichs est considéré élastique linéaire. Les lois de comportement utilisées pour les matériaux non vieillis et vieillis sont celles déterminées à partir des essais de traction et de flexion du chapitre 3. Pour la peau, les éléments de maillage utilisés sont des éléments hexaédriques. Pour les sandwichs qui sont plus complexes, des éléments de maillage tétraédriques sont utilisés (Fig. 5.10.b). La taille des éléments est fixée selon chaque configuration.

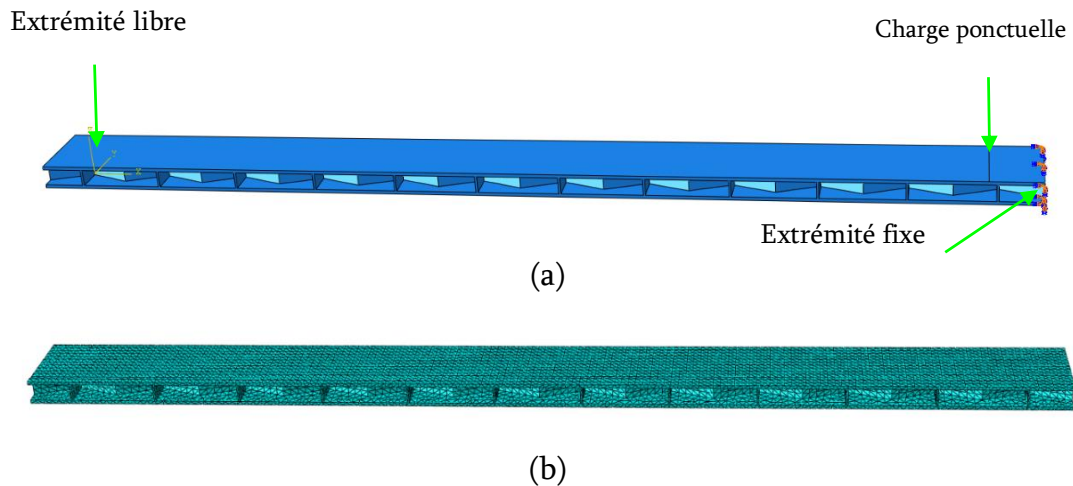


Figure 5. 10. a) Conditions aux limites et b) Exemple de maillage d'un sandwich SIC avec une âme à 1 cellule

5.5.2. Détermination des fréquences propres

L'algorithme de LANCZOS [175] du logiciel ABAQUS est utilisé pour déterminer les fréquences propres des poutres encastree/libre. La figure 5.11 présente l'exemple d'un spectre obtenu après calcul de structures par éléments finis. Les fréquences propres sont déduites à partir des pics des courbes de résonances des différents matériaux et différentes durées de vieillissement.

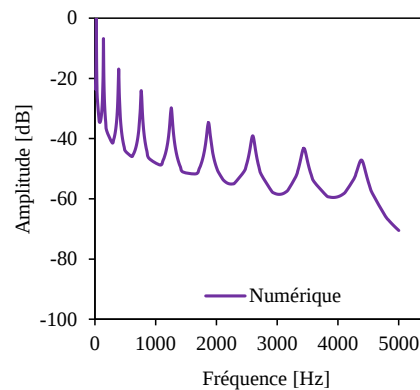


Figure 5. 11. Spectre des fréquences propres simulées.

A titre d'exemple, la figure 5.12 compare les courbes de résonance (Fig. 5.12.a) les résultats des fréquences propres (Fig. 5.12.b) obtenues par éléments finis et celles obtenues expérimentalement dans le cas d'une peau composite non vieillie. Il est à noter qu'il y a une légère différence entre les réponses en fréquence numériques et expérimentales et un bon accord entre les valeurs des fréquences.

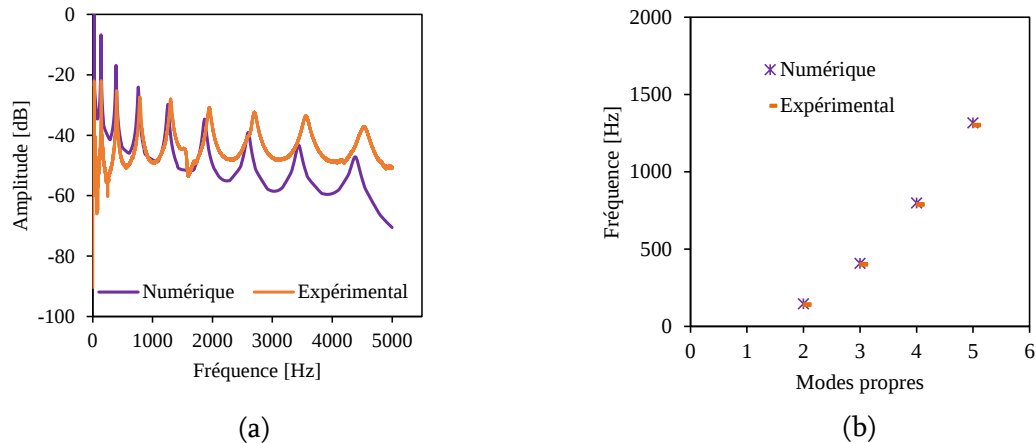


Figure 5. 12. Comparaison des résultats numériques et expérimentaux : a) courbes de résonance et b) Fréquences propres.

La Figure 5.13 illustre un exemple des déformées modales obtenues de l'analyse par éléments finis pour quatre modes de flexion du sandwich S3C à âme auxétique avec 3 cellules. Les déformées modales présentées ci-dessous correspondent aux modes de flexion numéro : 1, 3, 6 et 7. Du fait de la position du point de mesure sur l'extrémité libre, les modes de torsion ne sont pratiquement pas détectés lors de l'analyse expérimentale.

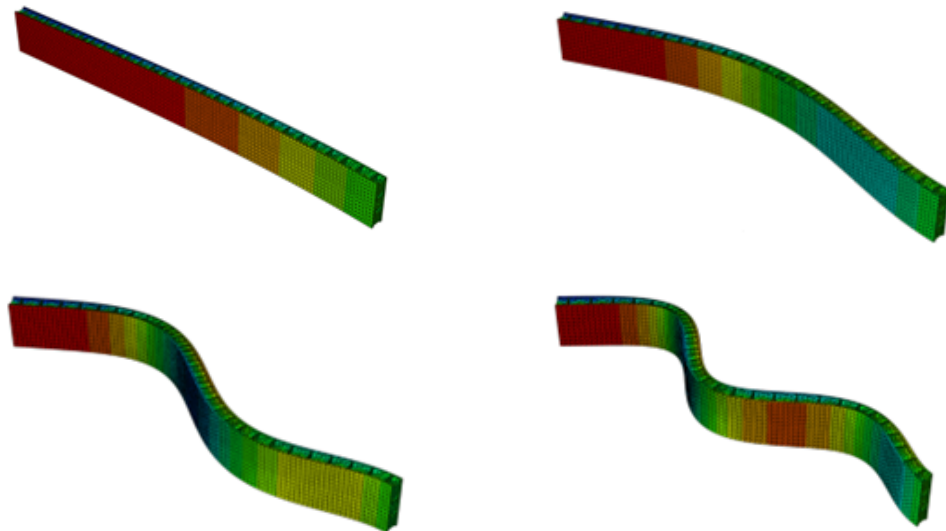


Figure 5. 13. Déformées modales des quatre modes propres du sandwich S3C à âme auxétique avec 3 cellules suivant la largeur de l'éprouvette.

Suite à ces résultats, le module de rigidité et l'amortissement de la peau composite et des sandwichs sont calculés et comparés aux résultats expérimentaux.

5.5.3. Evaluation des caractéristiques mécaniques

5.5.3.1. Matériaux non vieillis

Dans un premier temps, les résultats obtenus par éléments finis de la peau composite et des sandwichs non vieillis sont comparés aux résultats des essais expérimentaux. Ils sont présentés dans la figure 5.14 en termes de module de Young et amortissement pour la peau composite et dans les figures 5.15 et 5.16 en termes de rigidité équivalente et amortissement pour les sandwichs.

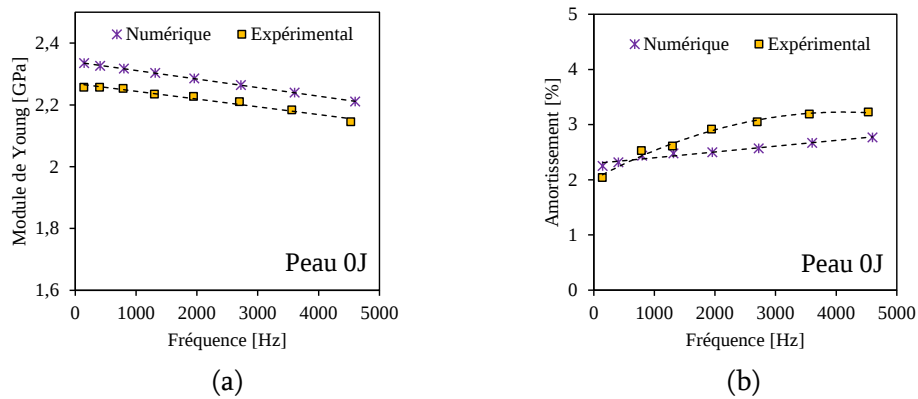


Figure 5. 14. Comparaison des résultats expérimentaux et numériques de la peau composite non vieilli : a) Module de Young et b) Amortissement.

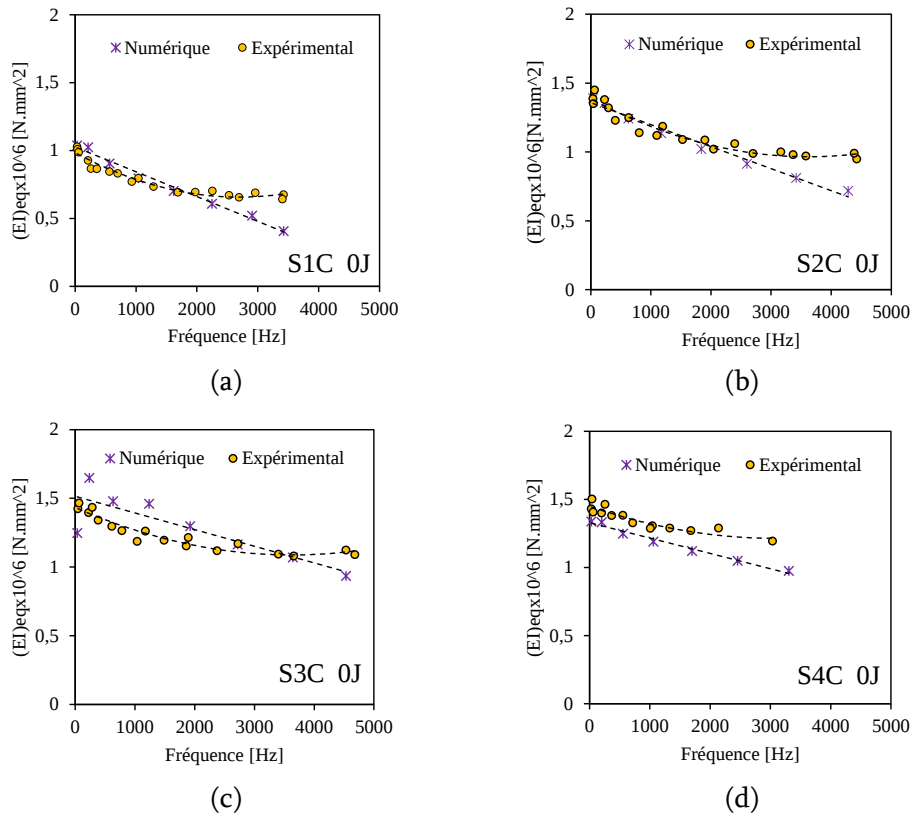


Figure 5. 15. Comparaison des rigidités équivalentes expérimentales et numériques pour les quatre sandwichs non vieillis à âme avec : a) 1 cellule, b) 2 cellules, c) 3 cellules et d) 4 cellules.

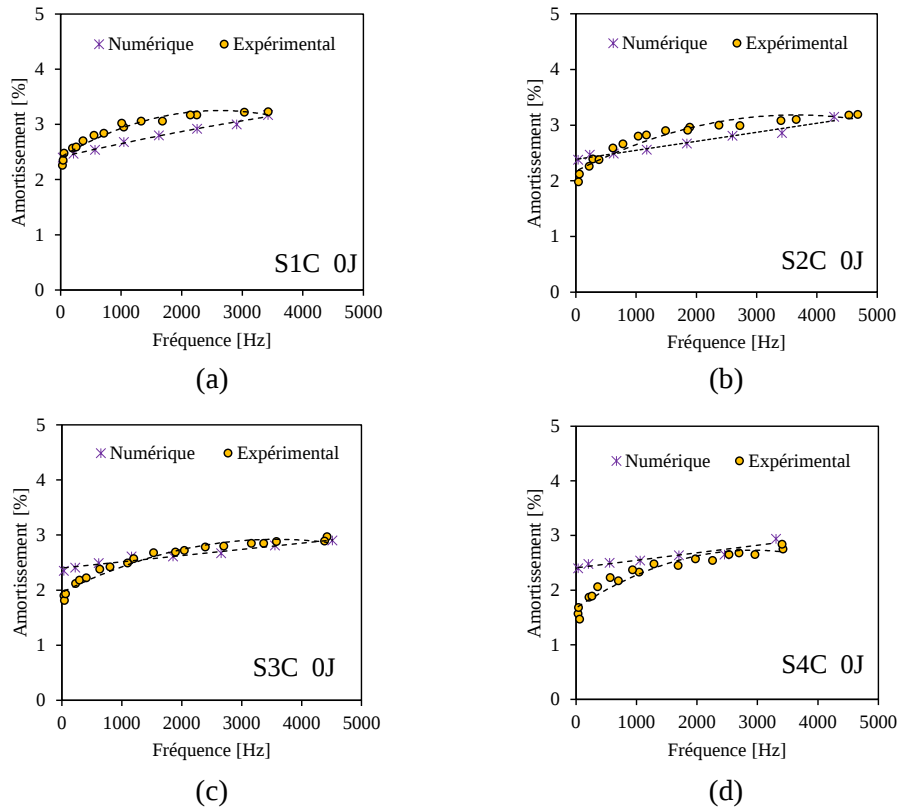


Figure 5. 16. Comparaison des amortissements expérimentaux et numériques pour les quatre sandwichs non vieillis à âme avec : a) 1 cellule, b) 2 cellules, c) 3 cellules et d) 4 cellules.

La comparaison proposée présente une concordance des résultats des essais expérimentaux et de la simulation numérique. Néanmoins, un léger décalage est observé. L'écart peut être attribué à des imprécisions de forme dans le processus de fabrication de la peau et des sandwichs et des écarts des mesures expérimentales et des restrictions ou hypothèses dans la méthode de calcul utilisée. De plus, pour effectuer le serrage avec la clé dynamométrique afin de réaliser les essais de vibration, une dispersion peut avoir un impact sur les fréquences et les coefficients d'amortissement de chaque éprouvette. Pour le modèle numérique, le matériau est considéré comme homogène dans toutes les analyses par éléments finis. Tous ces facteurs semblent, pour nous, être à l'origine de non coïncidence des résultats numériques et les résultats des essais expérimentaux.

5.5.3.2. Matériaux vieillis

Une concordance entre les résultats numériques et les résultats des essais expérimentaux a été démontré pour les matériaux non vieillis. Dans le cas des matériaux vieillis, les résultats des simulations numériques obtenus sont présentés dans les figures de 5.17 à 5.26. Celles-ci comparent les évolutions des modules et des amortissements en

fonction de la fréquence obtenues expérimentalement et numériquement pour la peau composite et les quatre sandwichs avec différents nombres de cellules dans l'âme et pour différentes durées d'immersion.

Les résultats expérimentaux et ceux obtenus par la modélisation sont en bon accord. Un léger écart est cependant observé, résultant des imprécisions de mise en forme des matériaux, des écarts de mesures expérimentales, des hypothèses dans les calculs des structures par éléments finis et des conditions d'essais (serrage des éprouvettes), etc...

En conclusion, disposant d'une loi d'évolution des caractéristiques mécaniques en fonction de la durée du vieillissement mesurées expérimentalement, le modèle ainsi développé peut être généralisé et appliqué aux différentes durées d'immersion des composites et des matériaux sandwichs PLA/lin.

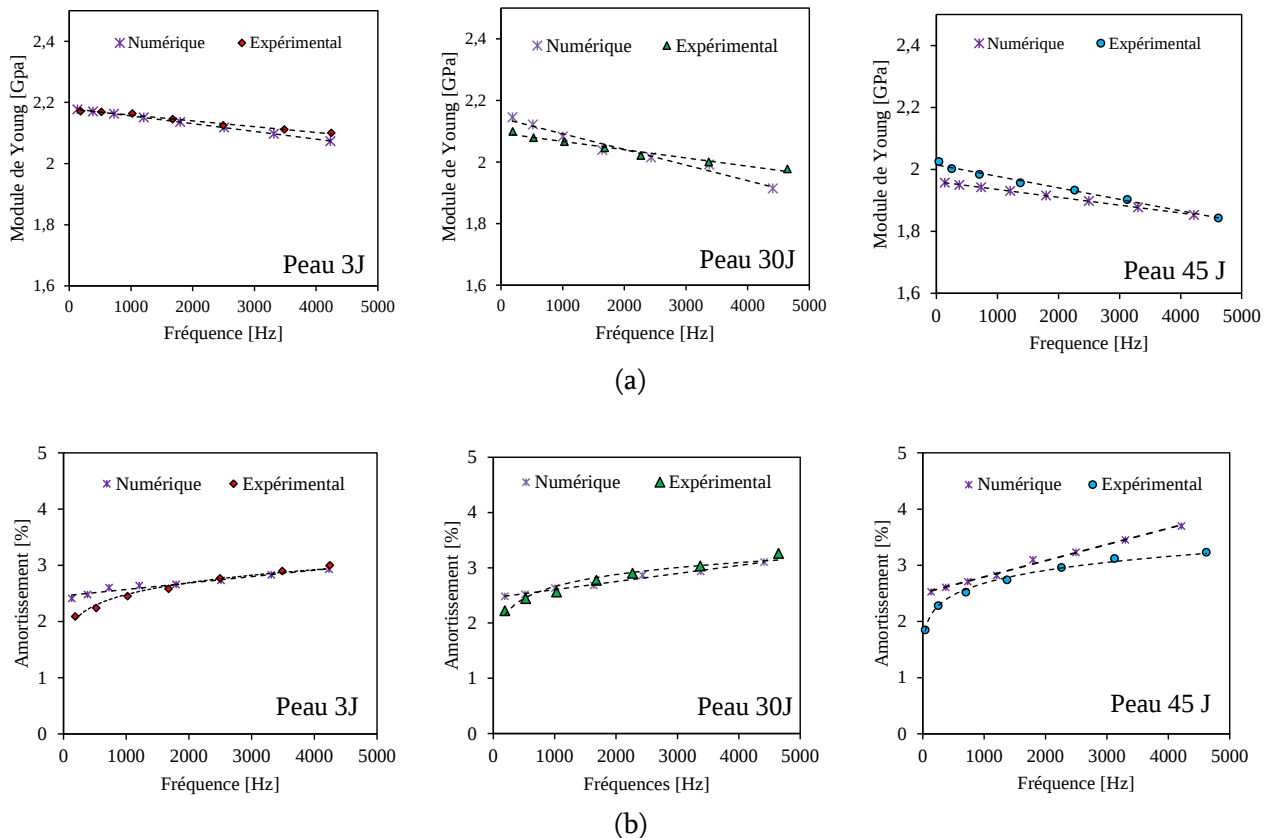


Figure 5. 17. Comparaison des résultats expérimentaux et numériques de la peau vieillie durant 3 jours, 30 jours et 45 jours : a) Module de Young, b) Amortissement.

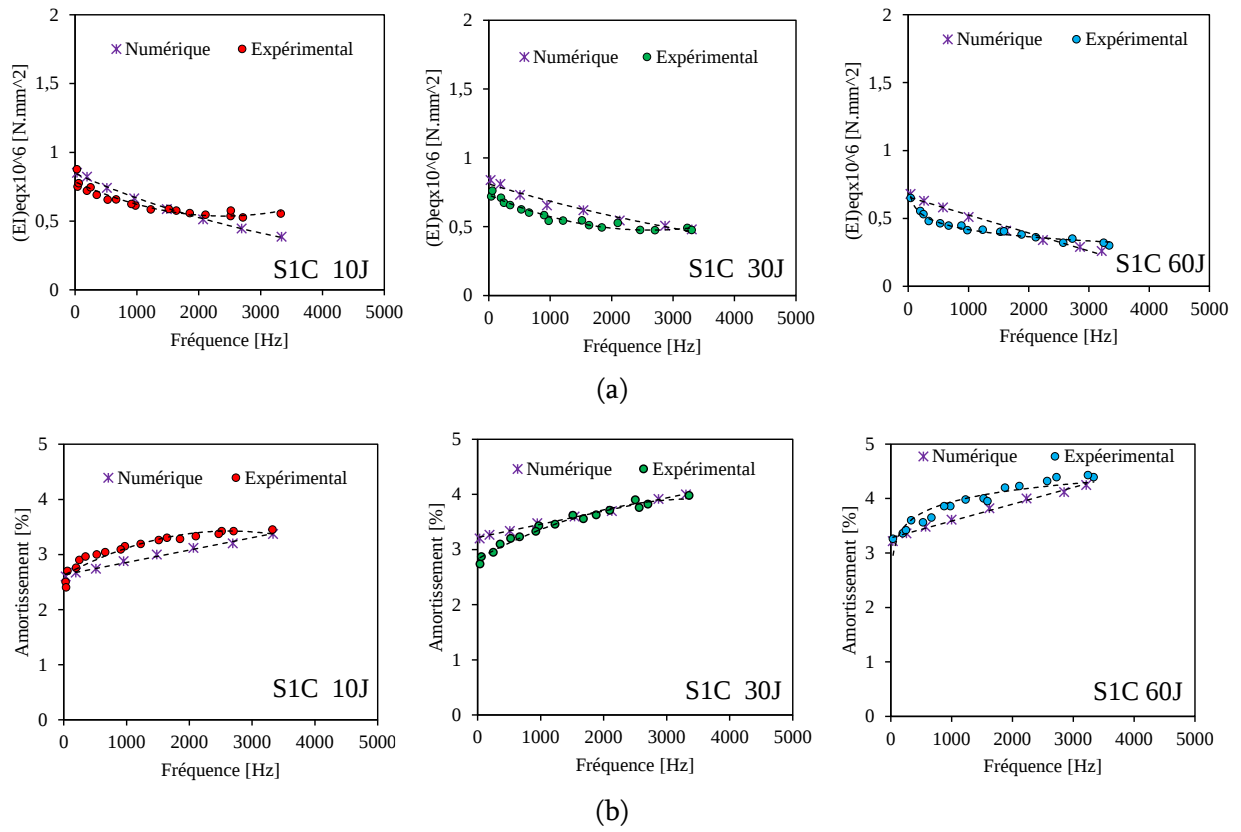


Figure 5. 18. Comparaison des résultats expérimentaux et numériques du sandwich S1C à âme avec une seule cellule vieilli durant 10 jours, 30 jours et 60 jours : a) Rigidité équivalente, b) Amortissement.

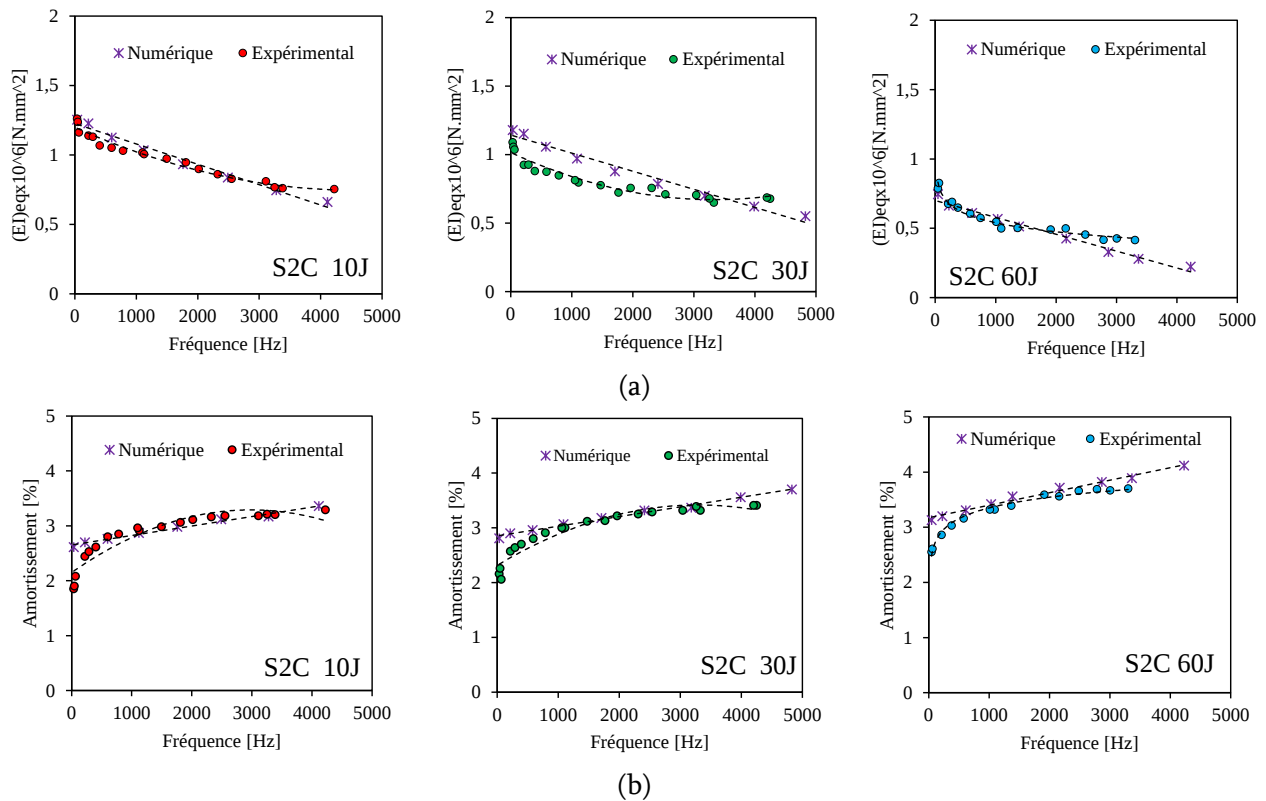


Figure 5. 19. Comparaison des résultats expérimentaux et numériques du sandwich S2C à âme avec deux cellules vieilli durant 10 jours, 30 jours et 60 jours : a) Rigidité équivalente, b) Amortissement.

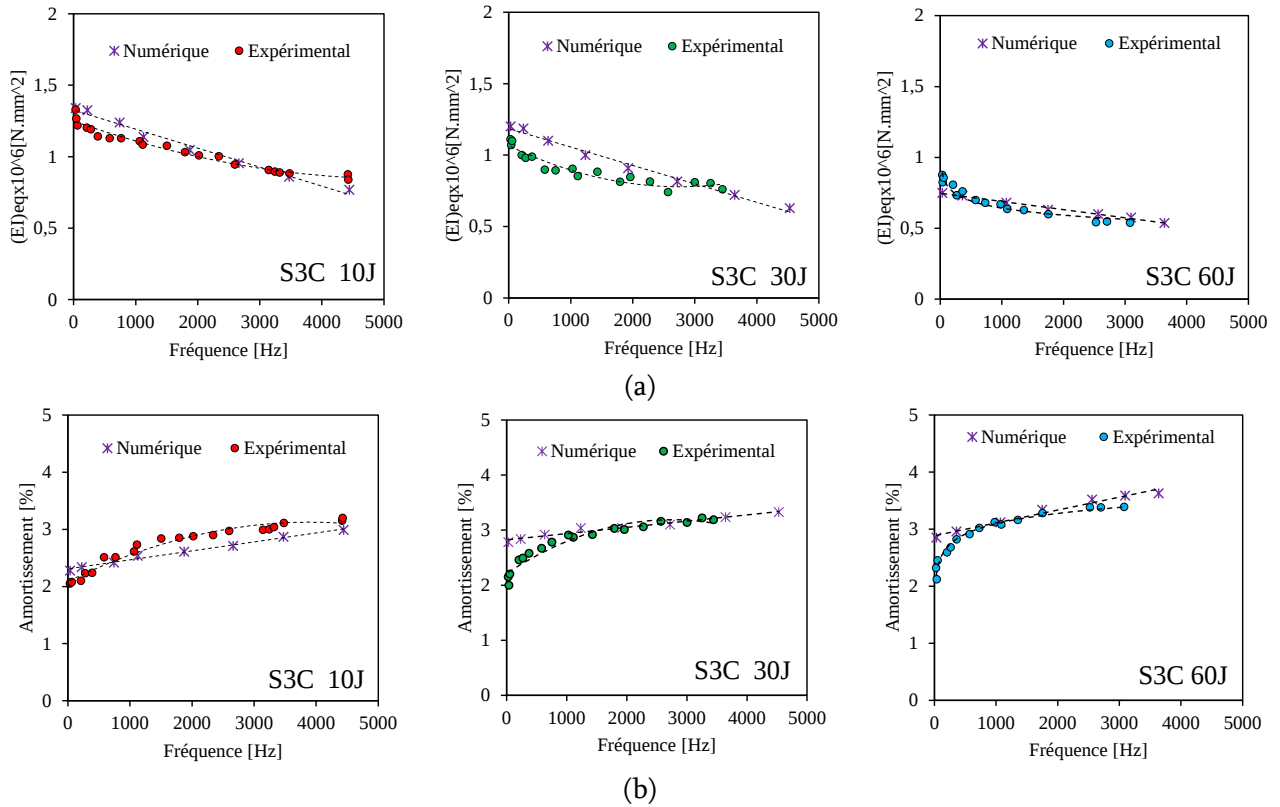


Figure 5. 20.. Comparaison des résultats expérimentaux et numériques du sandwich S3C à âme avec trois cellules vieilli durant 10 jours, 30 jours et 60 jours : a) Rigidité équivalente, b) Amortissement.

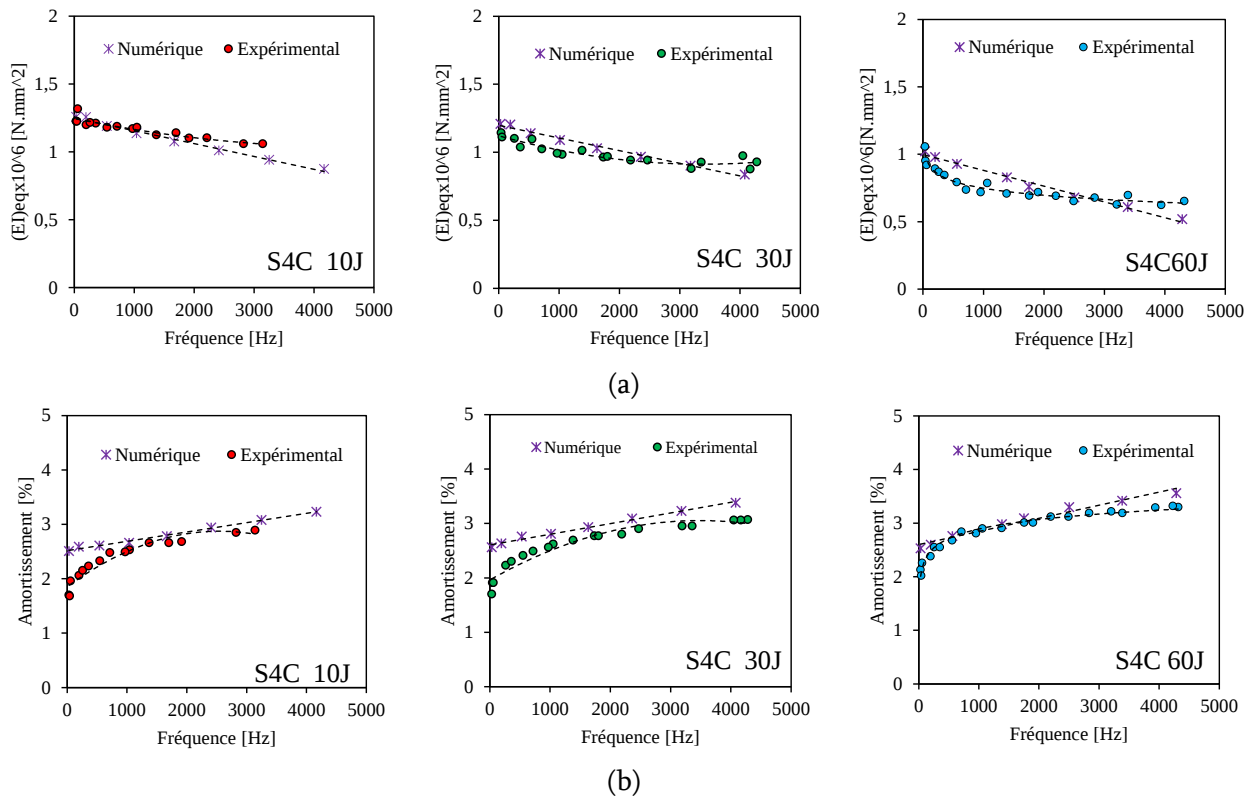


Figure 5. 21. Comparaison des résultats expérimentaux et numériques du sandwich S4C à âme avec quatre cellules vieilli durant 10 jours, 30 jours et 60 jours : a) Rigidité équivalente, b) Amortissement.

5.6. Conclusion

Ce chapitre a permis de déterminer et d'analyser l'effet de l'humidité sur les propriétés dynamiques en vibration de la peau composite et des sandwichs à âmes auxétiques réentrantes à partir des essais expérimentaux et d'un modèle numérique.

Une étude expérimentale est effectuée sur la peau composite ainsi que sur les sandwichs non vieillis et vieillis afin d'évaluer leurs propriétés dynamiques à savoir les fréquences propres, les amortissements modaux et le module de flexion. Les résultats sont déterminés à partir de la fonction de réponse en fréquence en configuration encastree/libre. Tous les résultats montrent une diminution du module de flexion et une augmentation de l'amortissement avec l'augmentation de la durée d'immersion. Ces résultats peuvent s'expliquer par la dissipation de l'énergie vibratoire à travers le matériau et par la pénétration de l'eau. La nature viscoélastique du PLA/lin ainsi que les vides créés par les cellules auxétiques favorisent la dissipation de l'énergie. La pénétration de l'eau joue un rôle important dans la réponse des propriétés dynamiques. De plus, une quantité d'énergie est dissipée à travers les vides des cellules auxétiques. De ce fait, les sandwichs à une seule cellule dans l'âme possèdent l'amortissement le plus élevé.

Dans un second temps, un modèle basé sur la méthode des éléments finis est développé. Il a permis d'évaluer le comportement vibratoire du composite et des sandwichs étudiés, en introduisant les propriétés des matériaux obtenues lors des essais statiques.

Le spectre des fréquences de résonance pour les différents matériaux est ainsi déterminé. Par la suite, le module de flexion ainsi que les amortissements sont calculés. Une bonne concordance entre les résultats des essais expérimentaux et des simulations numériques est obtenue pour les matériaux non vieillis et vieillis. Une méthode itérative sera proposée dans des prochains travaux afin d'automatiser la réponse via une procédure itérative.

Conclusion générale et perspectives

Poussée par le contexte environnemental et économique, le développement des biopolymères renforcés de fibres végétales, notamment des fibres de lin, semble être intéressant du fait des bonnes propriétés mécaniques spécifiques de ces fibres, comparables à celles des fibres synthétiques, à savoir un pouvoir d'amortissement beaucoup plus élevé. Néanmoins, les performances d'un matériau 100% biosourcé dans un milieu agressif demeurent un obstacle. Ils suscitent de grands efforts d'investigation pour que l'effet du vieillissement hydrique sur le comportement soient suffisamment compris. Nous avons présenté à travers ce mémoire notre contribution à l'étude et l'analyse de l'effet du vieillissement hydrique sur le comportement mécanique du bio-composite PLA/lin en mettant l'accent sur l'étude des sandwichs à âme auxétique réentrante.

Le procédé de fabrication exploité pour la mise en œuvre des éprouvettes est la technique de fabrication additive : impression 3D. Le protocole expérimental développé pour l'étude du vieillissement hydrique consiste à immerger des éprouvettes dans l'eau du robinet à température ambiante, de suivre l'évolution de l'absorption de l'eau et d'analyser les propriétés mécaniques du matériau non vieilli et vieilli. Des sollicitations mécaniques en statique, en fatigue et des études vibratoires sont réalisées pour caractériser le comportement de la peau composite et des sandwichs à différentes durées d'immersion.

Dans un premier temps, le matériau à étudier et le procédé de fabrication sont choisis. Le composite est constitué d'une matrice PLA (acide polylactique) renforcée par des fibres courtes de lin. C'est un matériau 100% biosourcé, biodégradable et recyclable. La structure de l'âme des sandwichs est une structure architecturée en nid d'abeille auxétique réentrante avec différents nombres de cellules suivant la largeur des éprouvettes.

Dans un second temps, les échantillons de la peau composite et des sandwichs avec différent nombre de cellules auxétiques sont immergés dans l'eau afin de suivre l'évolution de l'absorption de l'eau. Après le traitement des données, l'analyse des résultats de la diffusion de l'eau dans les échantillons est de type Fickien. Pour les sandwichs, une

différence au niveau du taux d'absorption et du nombre de jours jusqu'à saturation est constatée à cause de la structure cellulaire des âmes auxétiques. Pour le sandwich constitué d'une âme avec quatre cellules, le comportement diffusif est proche de celui de la peau. En effet, l'augmentation du nombre de cellules de l'âme rend le sandwich de plus en plus compact et donc le taux d'absorption de l'eau diminue lorsque la masse volumique augmente.

Ensuite, l'effet du vieillissement hydrique sur le comportement statique de la peau composite et des différents sandwiches est analysé avec des essais de traction et de flexion. Toutes les éprouvettes non vieillis et vieillis ont montré un comportement élastoplastique. En comparant les résultats des éprouvettes non vieilles et vieilles, l'effet du vieillissement a pu être établi. Le module de Young ainsi que la contrainte à la rupture diminuent avec l'augmentation de la durée d'immersion. La déformation à la rupture présente un comportement inverse. Elle s'intensifie avec l'augmentation de la durée d'immersion pour tous les matériaux. Cette variation des propriétés mécaniques est principalement due à l'infiltration de l'eau dans le matériau d'une part et à l'interface fibre/matrice d'autre part. En effet, la structure de la fibre de lin avec le lumen facilite l'absorption de l'eau. Aussi, les différentes couches concentriques de la fibre offrent plusieurs zones de transition et affaiblissent les interfaces intra-fibres. L'absorption de l'eau par les fibres peut engendrer des concentrations de contraintes à l'interface fibre/matrice à cause de la variation du volume des fibres. Ce qui provoque une mauvaise transition de charge entre la matrice et les fibres et donc une baisse des propriétés mécaniques des matériaux. L'augmentation de la déformation à la rupture en fonction du temps d'immersion est due principalement à la plastification du composite.

De plus, des essais en fatigue cyclique sont effectués sur la peau composite et les sandwiches en traction et en flexion respectivement. Différentes durées d'immersion sont choisies afin d'analyser l'effet du vieillissement sur le comportement en fatigue des matériaux. Les résultats expérimentaux de ces essais ont permis d'évaluer les propriétés en fatigue, telles que la rigidité, l'énergie dissipée et l'amortissement. Il est observé que l'augmentation du taux d'absorption engendre une dissipation d'énergie plus importante et

donc une augmentation de l'amortissement. Bien que les éprouvettes présentent un amortissement élevé, la durée de vie diminue en fonction de la durée d'immersion.

Pour tous les essais menés en statique et en fatigue, la technique d'émission acoustique a été utilisée afin d'identifier et suivre les différents mécanismes d'endommagement. Suite à une étude bibliographique et à des observations microscopiques, deux mécanismes d'endommagement sont identifiés. Pour les éprouvettes non immergées, les premiers événements acoustiques ne sont détectés qu'après un certain temps d'essai. Par contre, les éprouvettes qui ont été immergées, les premiers événements détectés sont très importants dès le début de l'essai. La détection immédiate d'événements dans ce cas est expliquée par la pénétration des molécules d'eau dans la structure du matériau fragilisant ainsi le matériau.

La dernière partie de cette thèse est consacrée à l'analyse de l'effet du vieillissement sur le comportement vibratoire de la peau composite et des différents sandwichs. Dans un premier temps, des essais expérimentaux sont effectués sur des éprouvettes en configuration encasturé-libre. Un marteau d'impact est utilisé pour exciter les éprouvettes près de l'encastrement. La réponse est détectée avec un vibromètre laser sur la partie libre. Ensuite, cette réponse est exploitée pour évaluer les fréquences propres, le module de Young et l'amortissement. Les résultats ont montré que le module de Young diminue et l'amortissement augmente avec la durée d'immersion. Ceci est expliqué par la dissipation de l'énergie vibratoire à travers le matériau d'une part et par la pénétration de l'eau d'autre part. La nature viscoélastique des fibres de lin, de la matrice ainsi que les vides créés par les cellules auxétiques favorisent la dissipation de l'énergie. De ce fait, l'augmentation du nombre de cellules dans l'âme du sandwich amplifie l'amortissement.

Enfin, une modélisation basée la méthode des éléments finis a été réalisée permettant d'évaluer le comportement vibratoire des matériaux. Les caractéristiques du matériau utilisées sont celles obtenues lors des essais statiques. Le spectre des fréquences de résonance pour les différents matériaux est ainsi déterminé. Par la suite, le module de flexion ainsi que les amortissements sont calculés. Une bonne concordance entre les

résultats des essais expérimentaux et des simulations numériques est obtenue pour les matériaux non vieillis et vieillis.

En perspectives, il serait intéressant d'explorer d'autres pistes, à savoir :

- ✓ l'étude de l'effet du vieillissement hydrique sur le comportement du PLA/lin et des sandwichs sous d'autres types de sollicitations : impact, vibration non linéaire... ;
- ✓ l'étude de la réversibilité des propriétés mécaniques du PLA/lin et des sandwichs suite à un procédé de séchage ;
- ✓ l'étude de la recyclabilité du composite PLA/lin imprimés en 3D ;
- ✓ le développement d'une méthode itérative sur Python, lié à Abaqus, qui automatise les données en insérant la seule variable qui est la durée d'immersion et qui calcule et affiche le résultat de l'amortissement, du module de Young ou de la rigidité équivalente.

Références bibliographiques

-
- [1] Dissanayake, N. P. J., Summerscales, J., Grove, S. M., & Singh, M. M. (2009). Life cycle impact assessment of flax fibre for the reinforcement of composites. *Journal of Biobased Materials and Bioenergy*, 3(3), 245-248.
- [2] Le Duigou, A., Davies, P., & Baley, C. (2011). Replacement of glass/unsaturated polyester composites by flax/PLLA biocomposites: is it justified?. *Journal of biobased materials and bioenergy*, 5(4), 466-482.
- [3] Le Duigou, A., Davies, P., & Baley, C. (2011). Environmental impact analysis of the production of flax fibres to be used as composite material reinforcement. *Journal of biobased materials and bioenergy*, 5(1), 153-165.
- [4] Wambua, P., Ivens, J., & Verpoest, I. (2003). Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics?. *Composites science and technology*, 63(9), 1259-1264.
- [5] Yan, L., Kasal, B., & Huang, L. (2016). 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.
- [6] Faruk, O., Bledzki, A. K., Fink, H. P., & Sain, M. (2012). Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010. *Progress in polymer science*, 37(11), 1552-1596.
- [7] Yan, L., Chouw, N., & Jayaraman, K. (2014). Flax fibre and its composites—A review. *Composites Part B: Engineering*, 56, 296-317.
- [8] Li, Y., Mai, Y. W., & Ye, L. (2000). Sisal fibre and its composites : a review of recent developments. *Composites science and technology*, 60(11), 2037-2055.
- [9] Porras, A., & Maranon, A. (2012). Development and characterization of a laminate composite material from polylactic acid (PLA) and woven bamboo fabric. *Composites Part B: Engineering*, 43(7), 2782-2788.
- [10] Essabir, H., Bensalah, M. O., Rodrigue, D., Bouhfid, R., & Qaiss, A. (2016). Structural, mechanical and thermal properties of bio-based hybrid composites from waste coir residues: Fibers and shell particles. *Mechanics of Materials*, 93, 134-144.
- [11] Arrakhiz, F. Z., Malha, M., Bouhfid, R., Benmoussa, K., & Qaiss, A. (2013). Tensile, flexural and torsional properties of chemically treated alfa, coir and bagasse reinforced polypropylene. *Composites Part B: Engineering*, 47, 35-41.

-
- [12] Placet, V. (2009). Characterization of the thermo-mechanical behaviour of Hemp fibres intended for the manufacturing of high performance composites. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 40(8), 1111-1118.
- [13] Bodros, E., & Baley, C. (2008). Study of the tensile properties of stinging nettle fibres (*Urtica dioica*). *Materials Letters*, 62(14), 2143-2145.
- [14] Dittenber, D. B., & GangaRao, H. V. (2012). Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure. *Composites Part A: applied science and manufacturing*, 43(8), 1419-1429.
- [15] Berreur, L., de Maillard, B., & Nösperger, S. (2002). L'industrie française des matériaux composites. *Etude stratégique (Rapport de synthèse) réalisée par Nodal consultants pour le compte de la Digitip/SIM*, 14.
- [16] Bos, H. L., Müssig, J., & van den Oever, M. J. (2006). Mechanical properties of short-flax-fibre reinforced compounds. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 37(10), 1591-1604.
- [17] Bouzouita, S. (2011). *Optimisation des interfaces fibre-matrice de composites à renfort naturel* (Doctoral dissertation, Ecole Centrale de Lyon; Ecole Nationale d'Ingénieurs de Monastir)..
- [18] Raquez, J. M., Deléglise, M., Lacrampe, M. F., & Krawczak, P. (2010). Thermosetting (bio) materials derived from renewable resources: A critical review. *Progress in polymer science*, 35(4), 487-509.
- [19] Schuster, J., Govignon, Q., & Bickerton, S. (2014). Processability of biobased thermoset resins and flax fibres reinforcements using vacuum assisted resin transfer moulding. *Open Journal of Composite Materials*, 4(01), 1-11.
- [20] Durier, A. L. (2008). *Contribution à l'étude de l'interaction contraintes-diffusion dans les polymères* (Doctoral dissertation, Arts et Métiers ParisTech).
- [21] Regazzi, A. (2013). *Contribution à l'étude du vieillissement couplé thermo-hydro-mécanique de biocomposite PLA/lin* (Doctoral dissertation, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris).
- [22] Aumjaud, P., Fieldsend, J. E., Boucher, M. A., Evans, K. E., & Smith, C. W. (2015). Multi-objective optimisation of viscoelastic damping inserts in honeycomb sandwich structures. *Composite Structures*, 132, 451-463.

-
- [23] Cheng, X., Wei, K., He, R., Pei, Y., & Fang, D. (2016). The equivalent thermal conductivity of lattice core sandwich structure: A predictive model. *Applied Thermal Engineering*, 93, 236-243.
 - [24] Kandare, E., Luangtriratana, P., & Kandola, B. K. (2014). Fire reaction properties of flax/epoxy laminates and their balsa-core sandwich composites with or without fire protection. *Composites Part B: Engineering*, 56, 602-610.
 - [25] Castro, O., Silva, J. M., Devezas, T., Silva, A., & Gil, L. (2010). Cork agglomerates as an ideal core material in lightweight structures. *Materials & Design*, 31(1), 425-432.
 - [26] Alcântara, I., Teixeira-Dias, F., & Paulino, M. (2013). Cork composites for the absorption of impact energy. *Composite structures*, 95, 16-27.
 - [27] Abakar, M. (2019). *Analyse des mécanismes d'endommagement et du comportement vibratoire d'un composite à constituants naturels dans un environnement hydrique* (Doctoral dissertation, Université du Maine).
 - [28] Osei-Antwi, M., De Castro, J., Vassilopoulos, A. P., & Keller, T. (2013). Shear mechanical characterization of balsa wood as core material of composite sandwich panels. *Construction and Building Materials*, 41, 231-238.
 - [29] Monti, A., El Mahi, A., Jendli, Z., & Guillaumat, L. (2017). Experimental and finite elements analysis of the vibration behaviour of a bio-based composite sandwich beam. *Composites Part B: Engineering*, 110, 466-475.
 - [30] Monti, A., El Mahi, A., Jendli, Z., & Guillaumat, L. (2016). Mechanical behaviour and damage mechanisms analysis of a flax-fibre reinforced composite by acoustic emission. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 90, 100-110.
 - [31] Susainathan, J., Eyma, F., De Luycker, E., Cantarel, A., & Castanie, B. (2018). Experimental investigation of impact behavior of wood-based sandwich structures. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 109, 10-19.
 - [32] De Leon, A. C., Chen, Q., Palaganas, N. B., Palaganas, J. O., Manapat, J., & Advincula, R. C. (2016). High performance polymer nanocomposites for additive manufacturing applications. *Reactive and Functional Polymers*, 103, 141-155.
 - [33] Yuan, S., Bai, J., Kai Chua, C., Zhou, K., & Wei, J. (2016). Characterization of creeping and shape memory effect in laser sintered thermoplastic polyurethane. *Journal of Computing and Information Science in Engineering*, 16(4).

-
- [34] Yuan, S., Bai, J., Chua, C. K., Wei, J., & Zhou, K. (2016). Material evaluation and process optimization of CNT-coated polymer powders for selective laser sintering. *Polymers*, 8(10), 370.
 - [35] Leigh, S. J., Bradley, R. J., Pursell, C. P., Billson, D. R., & Hutchins, D. A. (2012). A simple, low-cost conductive composite material for 3D printing of electronic sensors. *PloS one*, 7(11), e49365.
 - [36] Bitzer, T. N. (1997). *Honeycomb technology: materials, design, manufacturing, applications and testing*. Springer Science & Business Media.
 - [37] Masters, I. G., & Evans, K. E. (1996). Models for the elastic deformation of honeycombs. *Composite structures*, 35(4), 403-422.
 - [38] Hou, Y., Neville, R., Scarpa, F., Remillat, C., Gu, B., & Ruzzene, M. (2014). Graded conventional-auxetic Kirigami sandwich structures: Flatwise compression and edgewise loading. *Composites Part B: Engineering*, 59, 33-42.
 - [39] Sparavigna, A. (2007). Phonons in conventional and auxetic honeycomb lattices. *Physical Review B*, 76(13), 134302.
 - [40] Zhang, J., Lu, G., Wang, Z., Ruan, D., Alomarah, A., & Durandet, Y. (2018). Large deformation of an auxetic structure in tension: Experiments and finite element analysis. *Composite Structures*, 184, 92-101.
 - [41] Zhang, J., Lu, G., Ruan, D., & Wang, Z. (2018). Tensile behavior of an auxetic structure: Analytical modeling and finite element analysis. *International Journal of Mechanical Sciences*, 136, 143-154.
 - [42] Alomarah, A., Masood, S. H., Sbarski, I., Faisal, B., Gao, Z., & Ruan, D. (2020). Compressive properties of 3D printed auxetic structures: experimental and numerical studies. *Virtual and Physical Prototyping*, 15(1), 1-21.
 - [43] Li, T., & Wang, L. (2017). Bending behavior of sandwich composite structures with tunable 3D-printed core materials. *Composite Structures*, 175, 46-57.
 - [44] Lira, C., Scarpa, F., & Rajasekaran, R. (2011). A gradient cellular core for aeroengine fan blades based on auxetic configurations. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 22(9), 907-917.
 - [45] Streck, T., Jopek, H., & Nienartowicz, M. (2015). Dynamic response of sandwich panels with auxetic cores. *physica status solidi (b)*, 252(7), 1540-1550.
 - [46] Simar, A. (2014). *Impact du vieillissement humide sur le comportement d'un composite à matrice organique tissé fabriqué par injection RTM: Mise en évidence*

- d'un couplage entre absorption d'eau et thermo-oxydation de la matrice* (Doctoral dissertation, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique-Poitiers).
- [47] Fayolle, B., & Verdu, J. (2002). *Vieillissement physique des matériaux polymères*. Ed. Techniques Ingénieur.
- [48] Testoni, G. A. (2015). *In situ long-term durability analysis of biocomposites in the marine environment* (Doctoral dissertation, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris).
- [49] Mortaigne, B. (2005). Vieillissement des composites Mécanismes et méthodologie d'étude. *Techniques de l'ingénieur. Plastiques et composites*, (AM5320).
- [50] Chen, H., Miao, M., & Ding, X. (2009). Influence of moisture absorption on the interfacial strength of bamboo/vinyl ester composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 40(12), 2013-2019.
- [51] Navi, P., & Heger, F. (2005). *Comportement thermo-hydrromécanique du bois: Applications technologiques et dans les structures*. PPUR presses polytechniques.
- [52] Morton, W. E., & Hearle, J. W. S. (1975). *Physical Properties of Textile Fibres* 2nd. ed. London: W.
- [53] Girault, R., Bert, F., Rihouey, C., Jauneau, A., Morvan, C., & Jarvis, M. (1997). Galactans and cellulose in flax fibres: putative contributions to the tensile strength. *International Journal of Biological Macromolecules*, 21(1-2), 179-188.
- [54] Assarar, M., Scida, D., El Mahi, A., Poilâne, C., & Ayad, R. (2011). Influence of water ageing on mechanical properties and damage events of two reinforced composite materials: Flax-fibres and glass-fibres. *Materials & Design*, 32(2), 788-795.
- [55] Joseph, P. V., Rabello, M. S., Mattoso, L. H. C., Joseph, K., & Thomas, S. (2002). Environmental effects on the degradation behaviour of sisal fibre reinforced polypropylene composites. *composites science and technology*, 62(10-11), 1357-1372.
- [56] Stamboulis, A., Baillie, C. A., & Peijs, T. (2001). Effects of environmental conditions on mechanical and physical properties of flax fibers. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 32(8), 1105-1115.
- [57] Espert, A., Vilaplana, F., & Karlsson, S. (2004). Comparison of water absorption in natural cellulosic fibres from wood and one-year crops in polypropylene composites

- and its influence on their mechanical properties. *Composites Part A: Applied science and manufacturing*, 35(11), 1267-1276.
- [58] Dhakal, H. N., Zhang, Z. A., & Richardson, M. O. (2007). Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites. *Composites science and technology*, 67(7-8), 1674-1683.
- [59] Scida, D., Assarar, M., Poilâne, C., & Ayad, R. (2013). Influence of hygrothermal ageing on the damage mechanisms of flax-fibre reinforced epoxy composite. *Composites Part B: Engineering*, 48, 51-58.
- [60] Azwa, Z. N., Yousif, B. F., Manalo, A. C., & Karunasena, W. (2013). A review on the degradability of polymeric composites based on natural fibres. *Materials & Design*, 47, 424-442.
- [61] Chow, C. P. L., Xing, X. S., & Li, R. K. Y. (2007). Moisture absorption studies of sisal fibre reinforced polypropylene composites. *Composites science and technology*, 67(2), 306-313.
- [62] Zhou, J., & Lucas, J. P. (1995). The effects of a water environment on anomalous absorption behavior in graphite/epoxy composites. *Composites Science and Technology*, 53(1), 57-64.
- [63] Lee, S. H., & Wang, S. (2006). Biodegradable polymers/bamboo fiber biocomposite with bio-based coupling agent. *Composites Part A: applied science and manufacturing*, 37(1), 80-91.
- [64] Arbelaiz, A., Fernandez, B., Ramos, J. A., Retegi, A., Llano-Ponte, R., & Mondragon, I. (2005). 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.
- [65] Loos, A. C., Springer, G. S., Sanders, B. A., & Tung, R. W. (1980). Moisture absorption of polyester-E glass composites. *Journal of Composite Materials*, 14(2), 142-154.
- [66] Sreekumar, P. A., Joseph, K., Unnikrishnan, G., & Thomas, S. (2007). A comparative study on mechanical properties of sisal-leaf fibre-reinforced polyester composites prepared by resin transfer and compression moulding techniques. *Composites science and technology*, 67(3-4), 453-461.
- [67] Le Duigou, A., Davies, P., & Baley, C. (2009). Seawater ageing of flax/poly (lactic acid) biocomposites. *Polymer Degradation and Stability*, 94(7), 1151-1162.

-
- [68] Alix, S., Philippe, E., Bessadok, A., Lebrun, L., Morvan, C., & Marais, S. (2009). Effect of chemical treatments on water sorption and mechanical properties of flax fibres. *Bioresource technology*, 100(20), 4742-4749.
 - [69] Nanda, M. R., Misra, M., & Mohanty, A. K. (2011). The effects of process engineering on the performance of PLA and PHBV blends. *Macromolecular Materials and Engineering*, 296(8), 719-728.
 - [70] Abakar, M., El Mahi, A., & Idriss, M. (2019). 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.
 - [71] Chilali, A., Zouari, W., Assarar, M., Kebir, H., & Ayad, R. (2018). Effect of water ageing on the load-unload cyclic behaviour of flax fibre-reinforced thermoplastic and thermosetting composites. *Composite structures*, 183, 309-319.
 - [72] Thwe, M. M., & Liao, K. (2002). Effects of environmental aging on the mechanical properties of bamboo–glass fiber reinforced polymer matrix hybrid composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 33(1), 43-52.
 - [73] Cheour, K., Assarar, M., Scida, D., Ayad, R., & Gong, X. L. (2017, June). Effet du vieillissement sur le comportement en vibration de matériaux composites quasi-unidirectionnels à fibres de lin. In *Journées Nationales sur les Composites 2017*.
 - [74] Regazzi, A., Léger, R., Corn, S., & Ienny, P. (2016). Modeling of hydrothermal aging of short flax fiber reinforced composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 90, 559-566.
 - [75] Freund, L. (2018). *Étude du vieillissement hygrothermique des composites renforcés de fibres naturelles : approche expérimentale et modélisation* (Doctoral dissertation, Université de Lorraine).
 - [76] Céline, A., Fréour, S., Jacquemin, F., & Casari, P. (2013). Characterization and modeling of the moisture diffusion behavior of natural fibers. *Journal of Applied Polymer Science*, 130(1), 297-306.
 - [77] Masmoudi, S., El Mahi, A., & Turki, S. (2015). Use of piezoelectric as acoustic emission sensor for in situ monitoring of composite structures. *Composites Part B: Engineering*, 80, 307-320.
 - [78] El Mahi, A., Daoud, H., Rebiere, J. L., Gimenez, I., Taktak, M., & Haddar, M. (2019). Damage mechanisms characterization of flax fibers–reinforced composites with interleaved natural viscoelastic layer using acoustic emission analysis. *Journal of Composite Materials*, 53(18), 2623-2637.

-
- [79] Ben Ameer, M., El Mahi, A., Rebiere, J. L., Gimenez, I., Beyaoui, M., Abdennadher, M., & Haddar, M. (2019). Investigation and identification of damage mechanisms of unidirectional carbon/flax hybrid composites using acoustic emission. *Engineering Fracture Mechanics*, 216, 106511.
 - [80] Essassi, K., Rebiere, J. L., El Mahi, A., Souf, M. A. B., Bouguecha, A., & Haddar, M. (2021). Damping Analysis and Failure Mechanism of 3D Printed Bio-Based Sandwich with Auxetic Core under Bending Fatigue Loading. *Journal of Renewable Materials*, 9(3), 569-584.
 - [81] Roundi, W., El Mahi, A., El Gharad, A., & Rebiere, J. L. (2018). Acoustic emission monitoring of damage progression in glass/epoxy composites during static and fatigue tensile tests. *Applied Acoustics*, 132, 124-134.
 - [82] El Mahi, A., Ben Salem, I., Assarar, M., Berbaoui, R., Poilane, C., & El Guerjouma, R. (2010, April). Analyse par émission acoustique de l'endommagement des matériaux éco-composites. In *10ème Congrès Français d'Acoustique*.
 - [83] Kersani, M., Lomov, S. V., Van Vuure, A. W., Bouabdallah, A., & Verpoest, I. (2015). Damage in flax/epoxy quasi-unidirectional woven laminates under quasi-static tension. *Journal of composite materials*, 49(4), 403-413.
 - [84] Bourchak, M., Farrow, I. R., Bond, I. P., Rowland, C. W., & Menan, F. (2007). Acoustic emission energy as a fatigue damage parameter for CFRP composites. *International Journal of Fatigue*, 29(3), 457-470.
 - [85] Aslan, M. (2013). Investigation of damage mechanism of flax fibre LPET commingled composites by acoustic emission. *Composites Part B: Engineering*, 54, 289-297.
 - [86] Habibi, M., Lebrun, G., & Laperrière, L. (2017). 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.
 - [87] Sikdar, S., Mirgal, P., Banerjee, S., & Ostachowicz, W. (2019). Damage-induced acoustic emission source monitoring in a honeycomb sandwich composite structure. *Composites Part B: Engineering*, 158, 179-188.
 - [88] Shafiq, B., & Quispitupa, A. (2006). Fatigue characteristics of foam core sandwich composites. *International Journal of fatigue*, 28(2), 96-102.
 - [89] Quispitupa, A., Shafiq, B., Just, F., & Serrano, D. (2004). Acoustic emission based tensile characteristics of sandwich composites. *Composites Part B: Engineering*, 35(6-8), 563-571.

-
- [90] Chilali, A. (2017). *Étude expérimentale et modélisation de la durabilité des biocomposites à fibres de lin* (Doctoral dissertation, Reims).
 - [91] Duc, F., Bourban, E., & Manson, E. (2014, June). Damping performance of flax fibre composites. In *Proceedings of the 16th European Conference on Composite Materials, Seville, Spain* (pp. 22-26).
 - [92] Duc, F., Bourban, P. E., & Manson, J. A. E. (2014). Dynamic mechanical properties of epoxy/flax fibre composites. *Journal of reinforced plastics and composites*, 33(17), 1625-1633.
 - [93] Duc, F., Bourban, P. E., Plummer, C. J. G., & Manson, J. A. (2014). Damping of thermoset and thermoplastic flax fibre composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 64, 115-123.
 - [94] Prabhakaran, S., Krishnaraj, V., & Zitoune, R. (2014). Sound and vibration damping properties of flax fiber reinforced composites. *Procedia Engineering*, 97, 573-581.
 - [95] Cheour, K., Assarar, M., Scida, D., Ayad, R., & Gong, X. L. (2016). Effect of water ageing on the mechanical and damping properties of flax-fibre reinforced composite materials. *Composite Structures*, 152, 259-266.
 - [96] Hammami, M., El Mahi, A., Karra, C., & Haddar, M. (2016). Nonlinear behaviour of glass fibre reinforced composites with delamination. *Composites Part B: Engineering*, 92, 350-359.
 - [97] Meo, M., Polimeno, U., & Zumpano, G. (2008). Detecting damage in composite material using nonlinear elastic wave spectroscopy methods. *Applied composite materials*, 15(3), 115-126.
 - [98] Daoud, H., El Mahi, A., Rebiere, J.L., Mechri, C., Taktak, M., & Haddar, M. (2018). Experimental analysis of the linear and nonlinear vibration behavior of flax fibre reinforced composites with an interleaved natural viscoelastic layer. *Composites Part B: Engineering*, 151, 201-214.
 - [99] Bentahar, M., & El Guerjouma, R. (2009). Monitoring progressive damage in polymer-based composite using nonlinear dynamics and acoustic emission. *The Journal of the Acoustical Society of America*, 125(1), EL39-EL44.
 - [100] Akindoyo, J. O., Husney, N. A. A. B., Ismail, N. H., & Mariatti, M. (2021). Structure and performance of poly (lactic acid)/poly (butylene succinate-co-L-lactate) blend reinforced with rice husk and coconut shell filler. *Polymers and Polymer Composites*, 29(7), 992-1002.

-
- [101] Allagui, S., El Mahi, A., Rebiere, J. L., Beyaoui, M., Bouguecha, A., & Haddar, M. (2021). Effect of recycling cycles on the mechanical and damping properties of flax fibre reinforced elium composite: experimental and numerical studies. *Journal of Renewable Materials*, 9(4), 695.
 - [102] Abakar, M., El Mahi, A., & Idriss, M. (2019). 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.
 - [103] Vázquez-Núñez, E., Avecilla-Ramírez, A. M., Vergara-Porras, B., & López-Cuellar, M. D. R. (2021). Green composites and their contribution toward sustainability: a review. *Polymers and Polymer Composites*, 29(9_suppl), S1588-S1608.
 - [104] Baley, C. (2005). *Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites*. Ed. Techniques Ingénieur.
 - [105] Mussig, J., & Sloomaker, T. (2010). Types of fibre. Industrial Applications of Natural Fibres: Structure, *Properties and Technical Applications*, 41-48.
 - [106] Baley, C., & Bourmaud, A. (2014). Average tensile properties of French elementary flax fibers. *Materials letters*, 122, 159-161.
 - [107] Khalfallah, M., Abbès, B., Abbès, F., Guo, Y. Q., Marcel, V., Duval, A., ... & Rousseau, F. (2014). Innovative flax tapes reinforced Acrodur biocomposites: A new alternative for automotive applications. *Materials & Design*, 64, 116-126.
 - [108] Vink, E. T., & Davies, S. (2015). Life cycle inventory and impact assessment data for 2014 Ingeo™ polylactide production. *Industrial Biotechnology*, 11(3), 167-180.
 - [109] Yamanaka, T., Ohme, H., & Inoue, T. (2007). Future directions for the research and development of polyesters: from high-performance to environmentally friendly. *Pure and Applied Chemistry*, 79(9), 1541-1551.
 - [110] Murariu, M., Dechief, A. L., Paint, Y., Berlier, K., Bonnaud, L., & Dubois, P. (2008). The “green” challenge: high performance PLA (nano) composites. *Jec composites magazine*, 45, 66-69.
 - [111] Murariu, M., & Dubois, P. (2016). PLA composites: From production to properties. *Advanced drug delivery reviews*, 107, 17-46.
 - [112] Satyanarayana, K. G., Arizaga, G. G., & Wypych, F. (2009). Biodegradable composites based on lignocellulosic fibers—An overview. *Progress in polymer science*, 34(9), 982-1021.

- [113] Nasir, A. A., Azmi, A. I., & Khalil, A. N. M. (2015). Measurement and optimisation of residual tensile strength and delamination damage of drilled flax fibre reinforced composites. *Measurement*, 75, 298-307.
- [114] Oksman, K., Skrifvars, M., & Selin, J. F. (2003). Natural fibres as reinforcement in polylactic acid (PLA) composites. *Composites science and technology*, 63(9), 1317-1324.
- [115] Kumar, R., Yakubu, M. K., & Anandjiwala, R. D. (2010). Biodegradation of flax fiber reinforced poly lactic acid.
- [116] Le Duigou, A., Pillin, I., Bourmaud, A., Davies, P., & Baley, C. (2008). Effect of recycling on mechanical behaviour of biocompostable flax/poly (l-lactide) composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39(9), 1471-1478.
- [117] Nishino, T., Hirao, K., Kotera, M., Nakamae, K., & Inagaki, H. (2003). Kenaf reinforced biodegradable composite. *Composites science and technology*, 63(9), 1281-1286.
- [118] Plackett, D., Andersen, T. L., Pedersen, W. B., & Nielsen, L. (2003). Biodegradable composites based on L-polylactide and jute fibres. *Composites science and technology*, 63(9), 1287-1296.
- [119] Hu, R. H., Jang, M. H., Yonjig, K., Piao, Y. J., & Lim, J. K. (2010). Fully degradable jute fiber reinforced polylactide composites applicable to car interior panel. In *Advanced Materials Research* (Vol. 123, pp. 1151-1154). Trans Tech Publications Ltd.
- [120] Okubo, K., Fujii, T., & Thostenson, E. T. (2009). Multi-scale hybrid biocomposite: processing and mechanical characterization of bamboo fiber reinforced PLA with microfibrillated cellulose. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 40(4), 469-475.
- [121] Yusoff, R. B., Takagi, H., & Nakagaito, A. N. (2016). Tensile and flexural properties of polylactic acid-based hybrid green composites reinforced by kenaf, bamboo and coir fibers. *Industrial Crops and Products*, 94, 562-573.
- [122] Hou, X., Hu, H., & Silberschmidt, V. (2014). Numerical analysis of composite structure with in-plane isotropic negative Poisson's ratio: Effects of materials properties and geometry features of inclusions. *Composites Part B: Engineering*, 58, 152-159.

-
- [123] Yang, S., Qi, C., Wang, D., Gao, R., Hu, H., & Shu, J. (2013). A comparative study of ballistic resistance of sandwich panels with aluminum foam and auxetic honeycomb cores. *Advances in Mechanical Engineering*, 5, 589216.
 - [124] Jin, X., Jin, T., Su, B., Wang, Z., Ning, J., & Shu, X. (2017). Ballistic resistance and energy absorption of honeycomb structures filled with reactive powder concrete prisms. *Journal of Sandwich Structures & Materials*, 19(5), 544-571.
 - [125] Subramani, P., Rana, S., Ghiassi, B., Figueiro, R., Oliveira, D. V., Lourenco, P. B., & Xavier, J. (2016). Development and characterization of novel auxetic structures based on re-entrant hexagon design produced from braided composites. *Composites Part B: Engineering*, 93, 132-142.
 - [126] Jin, X., Wang, Z., Ning, J., Xiao, G., Liu, E., & Shu, X. (2016). Dynamic response of sandwich structures with graded auxetic honeycomb cores under blast loading. *Composites Part B: Engineering*, 106, 206-217.
 - [127] Usta, F., Scarpa, F., & Türkmen, H. S. (2020). Edgewise compression of novel hexagonal hierarchical and asymmetric unit cells honeycomb metamaterials. *Materials Today Communications*, 24, 101102.
 - [128] Essassi, K., Rebiere, J. L., El Mahi, A., Ben Souf, M. A., Bouguecha, A., & Haddar, M. (2019). Dynamic characterization of a bio-based sandwich with auxetic core: Experimental and numerical study. *International Journal of Applied Mechanics*, 11(02), 1950016.
 - [129] Lira, C., & Scarpa, F. (2010). Transverse shear stiffness of thickness gradient honeycombs. *Composites Science and Technology*, 70(6), 930-936.
 - [130] Gibson, L. J., Ashby, M. F., Schajer, G. S., & Robertson, C. I. (1982). The mechanics of two-dimensional cellular materials. *Proceedings of the Royal Society of London. A. Mathematical and Physical Sciences*, 382(1782), 25-42.
 - [131] Jost, W. (1960). Diffusion in solids. *Liquid, Gases*, 73.
 - [132] Perrier, A., Touchard, F., Chocinski-Arnault, L., & Mellier, D. (2017). Influence of water on damage and mechanical behaviour of single hemp yarn composites. *Polymer Testing*, 57, 17-25.
 - [133] Crank, J. (1979). *The mathematics of diffusion*. Oxford university press.
 - [134] Shen, C. H., & Springer, G. S. (1976). Moisture absorption and desorption of composite materials. *Journal of composite materials*, 10(1), 2-20.

-
- [135] Cocard, J. (2019). *Vieillissement humide de matériaux composites de pales d'hélicoptères: caractérisations et modélisations, de l'échelle de la résine à celle d'assemblages multi-matériaux* (Doctoral dissertation, Nantes).
 - [136] Perrier, A. (2016). *Influence du vieillissement hydrique sur le comportement mécanique de l'interface fil/matrice dans les composites chanvre/époxy* (Doctoral dissertation, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique-Poitiers).
 - [137] Kabir, M. M., Wang, H., Lau, K. T., & Cardona, F. (2012). Chemical treatments on plant-based natural fibre reinforced polymer composites: An overview. *Composites Part B: Engineering*, 43(7), 2883-2892.
 - [138] Charlet, K., Baley, C., Morvan, C., Jernot, J. P., Gomina, M., & Bréard, J. (2007). Characteristics of Hermès flax fibres as a function of their location in the stem and properties of the derived unidirectional composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 38(8), 1912-1921.
 - [139] Baley, C. (2002). Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 33(7), 939-948.
 - [140] Singh, J. I. P., Singh, S., Dhawan, V., & Gulati, P. (2021). Flax fiber reinforced polylactic acid composites for non-structural engineering applications: Effect of molding temperature and fiber volume fraction on its mechanical properties. *Polymers and Polymer Composites*, 29(9_suppl), S780-S789.
 - [141] Bledzki, A. K., Mamun, A. A., Lucka-Gabor, M., & Gutowski, V. S. (2008). The effects of acetylation on properties of flax fibre and its polypropylene composites. *Express polymer letters*, 2(6), 413-422.
 - [142] Vyavahare, O., Ng, D., & Hsu, S. L. (2014). Analysis of structural rearrangements of poly (lactic acid) in the presence of water. *The Journal of Physical Chemistry B*, 118(15), 4185-4193.
 - [143] Davies, G. C., & Bruce, D. M. (1998). Effect of environmental relative humidity and damage on the tensile properties of flax and nettle fibers. *Textile Research Journal*, 68(9), 623-629.
 - [144] Zykwincka, A., Thibault, J. F., & Ralet, M. C. (2008). Competitive binding of pectin and xyloglucan with primary cell wall cellulose. *Carbohydrate polymers*, 74(4), 957-961.

-
- [145] Morvan, C., Andème-Onzighi, C., Girault, R., Himmelsbach, D. S., Driouich, A., & Akin, D. E. (2003). Building flax fibres: more than one brick in the walls. *Plant physiology and biochemistry*, 41(11-12), 935-944.
 - [146] Le Duigou, A., Bourmaud, A., Davies, P., & Baley, C. (2014). Long term immersion in natural seawater of Flax/PLA biocomposite. *Ocean Engineering*, 90, 140-148.
 - [147] Standard, A. S. T. M. (2010). D638: Standard test method for tensile properties of plastics. *West Conshohocken (PA): ASTM International*.
 - [148] Standard, A. S. T. M. (2016). C393. Standard test method for core shear properties of sandwich constructions by beam flexure. ASTM International.
 - [149] Monti, A. (2016). *Élaboration et caractérisation mécanique d'une structure composite sandwich à base de constituants naturels* (Doctoral dissertation, Le Mans).
 - [150] Allagui, S., El Mahi, A., Rebiere, J. L., Beyaoui, M., Bouguecha, A., & Haddar, M. (2022). Experimental studies of mechanical behavior and damage mechanisms of recycled flax/Elium thermoplastic composite. *Polymers and Polymer Composites*, 30, 09673911221090048.
 - [151] Likas, A., Vlassis, N., & Verbeek, J. J. (2003). The global k-means clustering algorithm. *Pattern recognition*, 36(2), 451-461.
 - [152] NOESIS software (2004), advanced acoustic emission data analysis pattern recognition and neural networks.
 - [153] Milligan, G. W., & Cooper, M. C. (1985). An examination of procedures for determining the number of clusters in a data set. *Psychometrika*, 50(2), 159-179.
 - [154] Le Duigou, A., Bourmaud, A., Balnois, E., Davies, P., & Baley, C. (2012). Improving the interfacial properties between flax fibres and PLLA by a water fibre treatment and drying cycle. *Industrial Crops and Products*, 39, 31-39.
 - [155] Methacanon, P., Weerawatsophon, U., Sumransin, N., Prahsarn, C., & Bergado, D. T. (2010). Properties and potential application of the selected natural fibers as limited life geotextiles. *Carbohydrate Polymers*, 82(4), 1090-1096.
 - [156] Hu, R. H., Sun, M. Y., & Lim, J. K. (2010). Moisture absorption, tensile strength and microstructure evolution of short jute fiber/polylactide composite in hygrothermal environment. *Materials & Design*, 31(7), 3167-3173.

-
- [157] Akil, H. M., Cheng, L. W., Ishak, Z. M., Bakar, A. A., & Abd Rahman, M. A. (2009). Water absorption study on pultruded jute fibre reinforced unsaturated polyester composites. *Composites Science and Technology*, 69(11-12), 1942-1948.
- [158] Shubhra, Q. T., Alam, A. K. M. M., & Beg, M. D. H. (2011). Mechanical and degradation characteristics of natural silk fiber reinforced gelatin composites. *Materials letters*, 65(2), 333-336.
- [159] Mussig, J., Fisher, H., Graupner, N., & Frrieling, A. (2010). Testing methods for measuring physical and mechanical fibre properties (plant and animal fibres). *Ind. Appl. Nat. fibres Struct. Prop. Tech. Appl*, 269-309.
- [160] Bourmaud, A., Morvan, C., & Baley, C. (2010). Importance of fiber preparation to optimize the surface and mechanical properties of unitary flax fiber. *Industrial Crops and Products*, 32(3), 662-667.
- [161] Duby, C., & Robin, S. (2006). Analyse en composantes principales. *Institut National Agronomique, Paris-Grignon*, 80, 53.
- [162]] Essassi, K., Rebiere, J. L., El Mahi, A., Ben Souf, M. A., Bouguecha, A., & Haddar, M. (2020). Investigation of the static behavior and failure mechanisms of a 3D printed bio-based sandwich with auxetic core. *International Journal of Applied Mechanics*, 12(05), 2050051.
- [163] Essassi, K. (2020). *Développement et caractérisation statique et dynamique d'un composite sandwich à âme auxétique et à constituants naturels* (Doctoral dissertation, Université du Maine; École nationale d'ingénieurs de Sfax (Tunisie)).
- [164] Osman, E., Vakhguel, A., Sbarski, I., & Mutasher, S. (2011, August). Water absorption behavior and its effect on the mechanical properties of kenaf natural fiber unsaturated polyester composites. In *18th International Conference on composite materials* (pp. 2-7).
- [165] ASTM, D. (1986). 790-86" Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials. *American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA*.
- [166] Assarar, M. (2007). *Etude expérimentale et modélisation du comportement dynamique des composites stratifiés et sandwichs* (Doctoral dissertation).
- [167] Idriss, M. (2013). *Analyse expérimentale et par élément finis du comportement statique et vibratoire des matériaux composites sandwichs sains et endommagés* (Doctoral dissertation, Le Mans).

- [168] Saidane, E. H. (2015). *Etude de l'effet du vieillissement hygrothermique sur le comportement mécanique d'éco-composites à renfort hybride* (Doctoral dissertation, Reims).
- [169] De Silva, C. W. (2006). *Vibration: fundamentals and practice*. CRC press..
- [170] Gay, D., & Hoa, S. V. (2007). *Composite materials: design and applications*. CRC press..
- [171] American Society for Testing and Materials. (2010). *Standard test method for measuring vibration-damping properties of materials*. ASTM International.
- [172] Lamanna, E., Gupta, N., Cappa, P., Strbik III, O. M., & Cho, K. (2017). Evaluation of the dynamic properties of an aluminum syntactic foam core sandwich. *Journal of Alloys and Compounds*, 695, 2987-2994.
- [173] Young, D., & Felgar, R. P. (1949). Tables of characteristic functions representing normal modes of vibration of a beam.
- [174] Pantaloni, D., Melelli, A., Shah, D. U., Baley, C., & Bourmaud, A. (2022). Influence of water ageing on the mechanical properties of flax/PLA non-woven composites. *Polymer Degradation and Stability*, 200, 109957.
- [175] Lanczos, C. (1950). An iteration method for the solution of the eigenvalue problem of linear differential and integral operators.

Titre : Influence de l'humidité sur le comportement en statique et en dynamique d'un composite PLA/Lin

Mots clés : Composites biosourcés, auxétique, impression 3D, vieillissement hydrique, dynamique, émission acoustique

Résumé : L'objectif de cette thèse est l'étude de l'effet de l'humidité sur le comportement mécanique en statique, en fatigue et en vibration d'un composite et des sandwichs à âme auxétique réentrante. Les matériaux considérés sont constitués de fibres courtes de lin associées à un biopolymère Acide Poly-Lactique « PLA ». Ces matériaux biosourcés, sont élaborés par la technique de fabrication additive « impression 3D ». Tout d'abord, la cinétique de diffusion de l'eau dans la peau composite, dans l'âme auxétique composée de 1, 2, 3 et 4 cellules ainsi que dans les sandwichs a été étudiée. Les résultats d'absorption de l'eau sont analysés et le comportement de diffusion correspond à celui du modèle de Fick. Ensuite, l'effet du vieillissement hydrique sur le comportement en statique de la peau composite et des sandwichs non vieillis et vieillis est étudié sous des sollicitations en traction et en flexion. Une attention particulière est portée sur l'étude des propriétés élastiques en flexion pour les sandwichs. Par la suite, l'effet du vieillissement hydrique sur le

comportement en fatigue de la peau composite et des sandwichs est étudié. La durée de vie et l'évolution de l'endommagement sont analysées en suivant la rigidité, la quantité d'énergie dissipée ainsi que l'amortissement en fonction du nombre de cycles de fatigue. De plus, pour suivre l'évolution des mécanismes d'endommagement, tous ces essais ont été instrumentés par la technique d'émission acoustique (EA). Ainsi, les principaux événements acoustiques ont été analysés et associés à des mécanismes d'endommagement à l'aide des observations microscopiques. En vibration, des essais d'analyses modales ont été menés dans le cas de vibration en configuration encastrée/libre à l'aide d'un vibromètre laser et la technique d'impulsion. Enfin, une modélisation basée sur la méthode des éléments finis a été réalisée permettant d'évaluer le comportement vibratoire des matériaux. Une bonne corrélation entre les résultats des essais expérimentaux et des simulations numériques est obtenue pour les matériaux non vieillis et vieillis.

Title : Effect of hydric aging on the static and dynamic behavior of a PLA/Lin composite

Keywords : Biosourced composites, auxetic, 3D printing, hydric aging, dynamic, acoustic emission

Abstract : The objective of this thesis is the study of the effect of hydric aging on the mechanical behavior of a composite and reentrant auxetic core sandwichs made from flax fibers associated with a bio-polymer Poly-Lactic Acid "PLA". The bio-based materials are produced using the additive manufacturing technique "3D printing". First, the kinetics of water diffusion is studied through the composite skin, the auxetic core with 1, 2, 3 and 4 cells, as well as through the sandwichs. The water absorption results are analyzed and the diffusion behavior corresponds to the Fick model. Then, the effect of water aging on the static behavior of the unaged and aged composite skin and sandwichs is studied under tensile and bending tests. Particular attention is paid to the study of elastic properties of sandwichs. Subsequently, the effect of aging on the fatigue behavior of the composite skin and the sandwichs is studied. The lifetime and the evolution of the damage are analyzed by following

the stiffness, the dissipated energy as well as the damping according to the number of cycles. During mechanical tests, the acoustic emissions (AE) technique is used to identify the emergence of damage processes and to follow their evolution. To confirm the reality of the damage mechanisms observed, microscopic observations are associated with acoustic emission data. Experimental investigation of the vibration behavior of the different materials is implemented using beam test specimens and an impulse technique. The experimental values of Young's modulus, equivalent stiffness as well as damping of unaged and aged composite and sandwichs are analyzed for different immersion times. Finally, a finite element model is used to calculate the Young's modulus and modal loss factors of different materials. A close correlation between the numerical and experimental results is observed for the unaged and aged materials.