

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

THÈSE PRÉSENTÉE À  
L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À TROIS-RIVIÈRES  
COMME EXIGENCE PARTIELLE  
DU DOCTORAT EN INGÉNIERIE  
OFFERT EN EXTENSION  
EN VERTU D'UN PROTOCOLE D'ENTENTE  
AVEC L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À CHICOUTIMI

PAR  
KOSSI SODOKE

ÉVALUATION DU COMPORTEMENT À LONG TERME D'UN MATÉRIAU COMPOSITE  
À FIBRES NATURELLES.

DECEMBRE 2017

Université du Québec à Trois-Rivières

Service de la bibliothèque

Avertissement

L'auteur de ce mémoire ou de cette thèse a autorisé l'Université du Québec à Trois-Rivières à diffuser, à des fins non lucratives, une copie de son mémoire ou de sa thèse.

Cette diffusion n'entraîne pas une renonciation de la part de l'auteur à ses droits de propriété intellectuelle, incluant le droit d'auteur, sur ce mémoire ou cette thèse. Notamment, la reproduction ou la publication de la totalité ou d'une partie importante de ce mémoire ou de cette thèse requiert son autorisation.

# UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

## DOCTORAT EN INGÉNIERIE (PH. D.)

Programme offert par l'Université du Québec à Chicoutimi (UQAC)

en extension avec

l'Université du Québec à Trois-Rivières (UQTR)

### Cette thèse a été dirigée par :

LOTFI TOUBAL, Professeur PhD

Université du Québec à Trois-Rivières

Prof, directeur de recherche,

Rattachement institutionnel

LUC LAPERRIERE, Professeur PhD

Université du Québec à Trois-Rivières

Prof, codirecteur de recherche, grade

Rattachement institutionnel

### Jury d'évaluation de la thèse :

ROBERT LANOUELLE, PhD

Université du Québec à Trois-Rivières

Prénom et nom, grade

Rattachement institutionnel

EDUARDO RUIZ, PhD

Polytechnique de Montréal

Prénom et nom, grade

Rattachement institutionnel

SALIM DERDOURI, PhD

Centre National de Recherche Canada

Prénom et nom, grade

Rattachement institutionnel

LOTFI TOUBAL, Professeur, PhD

Université du Québec à Trois-Rivières

Prénom et nom, grade

Rattachement institutionnel

LUC LAPERRIERE, Professeur, PhD

Université du Québec à Trois-Rivières

Prénom et nom, grade

Rattachement institutionnel

*À ma femme Kafui SOKINDJI et à mon père Ankouvi SODOKE*

## **Remerciements**

Je tiens à remercier tout d'abord mon Dieu d'avoir disposé les circonstances pour que j'arrive à Trois-Rivières pour faire ce doctorat. Mes profonds remerciements vont à mes directeurs de thèse Messieurs Lotfi TOUBAL et Luc LAPERIERRE qui par leur collaboration, ont permis à la réalisation de cette thèse. Je les remercie aussi pour leur patience et la confiance qu'ils m'ont témoignée dans la réalisation de ce projet jusqu'à son terme ; de même pour le financement et les conditions de travail adéquates qu'ils m'ont accordés jusqu'au terme de ce projet.

Je suis très reconnaissant envers les membres de jury qui ont accepté, comme examinateurs, de porter un regard critique sur ce projet tout de mon parcours doctoral malgré leur horaire assez chargé, le tout dans le but de le perfectionner.

Je remercie toute l'équipe du département de Génie mécanique de l'Université du Québec à Trois-Rivières et du Laboratoire de Mécanique et Éco-Matériau (LMEM) pour le soutien technique, matériel et moral dans l'accomplissement de cette thèse. J'en profite pour remercier surtout Danny LEMAY notre technicien de Laboratoire pour sa disponibilité, sa flexibilité, ses conseils et son aide très précieuse sur le plan technique.

Je remercie également le Conseil de recherches en sciences naturelles et en génie du Canada (CRSNG) qui a financé le projet de recherche. Je ne veux pas oublier le Centre de Recherche sur les Matériaux Renouvelables (CRMR), le Centre de Recherche sur les systèmes Polymères Et Composites à haute performance (CREPEC), le professeur Erdouane ZITOUNE de l'université de Toulouse Paul Sabatier, la professeur Habiba BOUGUERRA de l'université de Ryeson, qui ont mis à ma disposition les appareils et le personnel qui leur sont affiliés pour la bonne marche et la réalisation de ce projet. Je remercie également mes collègues de travail pour les différentes discussions scientifiques, leur aide technique et morale au cours de ce long périple de thèse.

Je remercie toute ma famille, les amis pour leur soutien particulier dans cette thèse.

Pour finir, je rends grâce à Dieu qui m'a permis de rencontrer des personnes extraordinaires qui ont été une vraie bénédiction pour moi à travers le Groupe Biblique Universitaire et l'association Bacc Vert, ce qui a favorisé mon épanouissement et mon intégration à Trois-Rivières, une ville que j'aime tant.

## RÉSUMÉ

L'intérêt des composites à fibres naturelles pour les applications en ingénierie ne cesse de croître à cause de ces propriétés mécaniques intéressantes et de nouveaux règlements environnementaux. L'usage de ce nouveau matériau pour des applications en ingénierie nécessite cependant des études approfondies au niveau de leur comportement à long terme. En effet, ces composites dans le cadre d'une application industrielle vont être sollicités au cours de leur utilisation à des environnements hostiles (vieillissement) et à des contraintes mécaniques à long terme (fatigue, fluage, etc.). Le manque de données ou d'études sur leur durabilité peut constituer un frein au développement à l'échelle industrielle de ces composites. Par conséquent, l'étude du comportement à long terme des composites à fibres naturelles constitue une priorité pouvant permettre aux ingénieurs-praticiens de disposer des données fiables sur leur comportement à long terme afin de garantir la viabilité économique de ce matériau et des clauses sécuritaires pour des produits fabriqués à partir des composites à fibres naturelles.

En conséquence, le but principal de cette thèse est d'étudier le comportement à long terme d'un matériau composite à fibres naturelles de lin/époxy en fatigue mécanique et au vieillissement cyclique. Plusieurs méthodes et analyses d'évaluation d'endommagement ont été utilisées en vue de comprendre la dégradation des propriétés mécaniques et chimiques de ce matériau au cours de sa durée de vie. Ses propriétés mécaniques spontanées et thermomécaniques ont été analysées préalablement afin de disposer des données suffisantes pour l'évaluation de son comportement à long terme. L'influence du vieillissement hydrothermal sur ses propriétés mécaniques a été évaluée. Les différents mécanismes d'endommagement liés à leurs sollicitations mécaniques et environnementales ont été étudiés à l'aide de la méthode d'émission acoustique et par les analyses microstructurales.

Les résultats montrent que ce composite reste un matériau à fort potentiel pour des applications de structure en termes de propriétés mécaniques et durabilité en fatigue. Cependant, il reste sensible à l'influence du vieillissement hydrothermal qui génère une certaine dégradation de ces propriétés. On peut toutefois remarquer la bonne performance en fatigue hygrothermal de ce matériau. Les analyses des mécanismes de l'endommagement ont montré que la zone interfaciale fibre/matrice semble être la plus touchée par les sollicitations mécaniques et environnementales. Les analyses chimiques ont montré que le traitement chimique des fibres par cyanoéthylation permet de limiter la dégradation rapide du composite.

## ABSTRACT

The interest of natural fiber composites for engineering applications is growing due to these interesting mechanical properties and new environmental regulations. However, the use of this new material for engineering applications requires in-depth studies of their long-term behavior. Indeed, these composites in the context of an industrial application will be solicited during their use in hostile environments (aging) and long-term mechanical stresses (fatigue, creep, etc.). The lack of data or studies on their sustainability may be a brake on the industrial scale development of these composites. Therefore, studying the long-term behavior of natural fiber composites is a priority that can be used by engineers. To have reliable data on their long-term behavior in order to guarantee the economic viability of this material and the safe clauses for products made from natural fiber composites.

Consequently, the main aim of this thesis is to study the long-term behavior of a natural flax / epoxy fiber composite material in mechanical fatigue and cyclic aging. Several damage assessment methods and analyzes have been used to understand the degradation of the mechanical and chemical properties of this material over its lifetime. Its spontaneous and thermomechanical mechanical properties have been analyzed beforehand in order to have sufficient data for the evaluation of its long-term behavior. The influence of hygrothermal aging on its mechanical properties was evaluated. The various mechanisms of damage related to their mechanical and environmental stresses have been studied using the acoustic emission method and by microstructural analyzes.

The results show that this composite remains a material with high potential for structural applications in terms of mechanical properties and durability in fatigue. However, it remains sensitive to the influence of hygrothermal aging which generates a certain degradation of these properties. However, the good hygrothermal fatigue performance of this material can be noticed. Analysis of the mechanisms of damage showed that the fiber / matrix interfacial zone appears to be the most affected by mechanical and environmental stresses. Chemical analyzes have shown that the chemical treatment of fibers by cyanoethylation makes it possible to limit the rapid degradation of the composite

## Table des matières

Table des matières .....	viii
Liste des tableaux .....	xii
Liste des figures .....	xiii
Liste des sigles et abréviations .....	xvii
I. CHAPITRE I : INTRODUCTION .....	18
1. Généralité .....	19
2. Problématique.....	20
3. Objectifs .....	22
4. Organisation de la thèse .....	22
II. CHAPITRE II : REVUE DE LA LITTÉRATURE SCIENTIFIQUE .....	24
II.1. Les composites à fibres naturelles.....	25
II.1.1. Généralité sur les fibres naturelles .....	25
II.1.2. Les matrices.....	26
II.1.3. Composites à fibres naturelles (CFN) .....	27
II.1.4. Propriétés mécaniques des composites structuraux à fibres naturelles .....	27
II.2. Vieillissement et mécanisme de vieillissement des composites à fibres naturelles ..	29
II.2.1. Le vieillissement par absorption d'eau et ses mécanismes pour un CFN .....	30
II.2.2. Vieillissement thermique et ses mécanismes pour un CFN .....	32
II.2.3. Quelques exemples d'articles parlant du vieillissement des CFN .....	34
II.3. Fatigue des composites à fibres naturelles .....	34
II.3.1. Endurance en fatigue.....	35
II.3.2. Mécanismes d'endommagement des composites stratifiés .....	35
II.3.3. Évaluation de l'endommagement par fatigue.....	37
II.3.4. Les modules résiduels .....	37



II.3.5.	Méthode indirecte de l'évaluation de l'endommagement par fatigue.....	39
II.3.6.	Lois de cumul d'endommagement par fatigue.....	45
II.3.7.	Portrait des études sur la fatigue des composites à fibres naturelles.....	46
II.4.	Conclusion.....	48
III.	CHAPITRE III : FABRICATION ET PROPRIÉTÉS PHYSIQUES DES ÉCHANTILLONS .....	49
III.1.	Introduction .....	50
III.2.	Description du matériau et fabrication des éprouvettes.....	50
III.2.1.	Matériau choisi.....	50
III.2.2.	Fabrication.....	53
III.3.	Résultats des propriétés physiques des échantillons.....	55
III.4.	Conclusion .....	56
IV.	CHAPITRE IV : ÉTUDES QUASI-STATIQUES .....	57
IV.1.	Introduction .....	58
IV.2.	Dispositifs des essais mécaniques .....	59
IV.2.1.	Impulsion acoustique.....	59
IV.2.2.	Essais de traction.....	60
IV.3.	Techniques de l'évaluation de l'endommagement.....	61
IV.3.1.	Technique d'émission acoustique .....	61
IV.3.2.	Microscopie optique et électronique à balayage (MEB).....	63
IV.4.	Résultats et discussions .....	63
IV.4.1.	Essais d'impulsion acoustique .....	63
IV.4.2.	Essai de traction .....	64
IV.4.3.	Fractographie des composites en quasi-statique .....	68
IV.4.4.	Analyse des données de l'émission acoustique (EA).....	70
IV.5.	Conclusion.....	77

V.	CHAPITRE V : VIELLISSEMENT ENVIRONNEMENTAL .....	78
V.1.	Introduction .....	79
V.2.	Méthodes de vieillissements accélérés .....	80
V.2.1.	Vieillissement hygrothermal .....	80
V.2.2.	Mesure des caractéristiques d'absorption .....	81
V.2.3.	Vieillissement thermique.....	83
V.2.4.	Caractérisation thermogravimétrique .....	83
V.2.5.	Caractérisation par FT-IR.....	84
V.3.	Résultats et discussions .....	84
V.3.1.	Immersion hygrothermal .....	84
V.3.2.	Essais thermomécaniques.....	95
V.4.	Conclusion.....	97
VI.	CHAPITRE VI : COMPORTEMENT À LONG TERME .....	99
VI.1.	Introduction .....	100
VI.2.	Comportement en fatigue mécanique des éprouvettes saines .....	101
VI.2.1.	Méthodes expérimentales.....	101
VI.2.2.	Suivi de l'endommagement.....	103
VI.2.3.	Suivi de l'endommagement par les techniques non destructives .....	103
VI.2.4.	Résultats et discussions .....	104
VI.3.	Comportement en fatigue des éprouvettes vieilles.....	127
VI.3.1.	Méthodes expérimentales.....	127
VI.3.2.	Résultats et discussion.....	127
VI.3.3.	Corrélations entre les différents essais .....	142
VI.4.	Vieillissement cyclique immersion/séchage .....	143
VI.4.1.	Méthodes expérimentales.....	143
VI.4.2.	Résultats et discussions .....	144

VI.5.	Conclusion.....	152
VII.	CHAPITRE VII : CONCLUSIONS.....	153
VII.1.	Retour sur les objectifs.....	154
VII.2.	Résultats importants.....	155
VII.3.	Perspectives.....	156
	Liste des références .....	158
VIII.	Annexe A.....	165
1.	Modélisation de l'endommagement en fatigue par la chaine de Markov .....	165
2.	Contexte et méthodes.....	165
2.1.	Les modèles stochastiques classiques pour la fatigue.....	167
2.2.	La chaine de Markov .....	167
2.3.	Modèle de Markov .....	172

# Liste des tableaux

<i>Table II.1. Caractéristique des fibres naturelles</i> .....	25
<i>Table.II.2. Les différents paramètres influençant sur la variabilité des propriétés mécaniques du lin</i> .....	26
<i>Table.II.3. Propriétés du lin/polyester comparé avec le verre/polyester [12]</i> .....	28
<i>Table.II.4. Module de lin/époxy en fonction du taux volumique, du procédé et du type de résine [10]</i> .....	29
<i>Table.II.5. AE characteristics of the main damage mechanisms in eco composites according to the literature [59]</i> .....	43
<i>Table III.1. Propriétés mécaniques des fibres de verre et des fibres naturelles [83]</i> .....	50
<i>Table III.2. Caractéristique du préimprégné. lin/époxy [86]</i> .....	52
<i>Table III.2. Propriétés physiques des types d'éprouvettes lin/époxy avec l'écart-type en parenthèse</i> .....	55
<i>Table IV.1. Plan d'expérience de l'étude du comportement mécanique spontané du lin/époxy</i> .....	59
<i>Table.IV.2. Fréquence et module des échantillons lin/époxy FE0, FE90, FE45 et FEH avec leur coefficient de variation en parenthèse</i> .....	64
<i>Table IV.3. Propriétés mécaniques en traction des échantillons lin/époxy FE0, FE90, FE45 et FEH avec leur coefficient de variation (en parenthèse).</i> .....	67
<i>Table.IV.4. Caractéristiques et les mécanismes associés à chaque classe</i> .....	71
<i>Table IV.5. Pourcentage des classes pour chaque type d'éprouvette</i> .....	71
<i>Table V.1. Plan d'expérience des tests de vieillissement</i> .....	80
<i>Table.V.2. Propriétés mécaniques des échantillons sains et vieillis</i> .....	90
<i>Table.V.3. Propriétés mécaniques des éprouvettes FEH testées à différentes températures</i> .....	95
<i>Table VI.1. Les différents tests à réaliser en fatigue mécanique</i> .....	101
<i>Table VI.2. Paramètres choisis pour les essais de fatigue</i> .....	102
<i>Table VI.3. Coefficient de corrélation entre les différents paramètres de fatigue</i> .....	118
<i>Table VI.4. Pourcentage de variabilité des valeurs propres</i> .....	119
<i>Table VI.5. Analyse Weibull des données de l'endurance par fatigue des éprouvettes FEH saines et vieilles</i> .....	130
<i>Table VI.6. Coefficient de corrélation entre les variables de dommage des éprouvettes saines (U) et vieilles (A)</i> .....	138
<i>Table VI.7 Valeur de l'épaisseur des échantillons à chaque cycle</i> .....	145
<i>Table VI.8 Caractéristiques mécaniques pour différents cycles de vieillissement des éprouvettes FEH</i> .....	148
<i>Table VI.9. Les valeurs des intensités des raies <math>I_{002}</math> et <math>I_{18,5}</math></i> .....	151

## Liste des figures

Figure I.1. Applications des composites à fibres naturelles dans le domaine de l'ingénierie des matériaux.	20
Figure II.1. Nombre d'articles de journaux publiés sur l'endommagement par effets environnementaux (humidité, thermique, abrasion, UV) des composites à fibres naturelles. (Source : <a href="http://www.scopus.com">www.scopus.com</a> ).	30
Figure II.2. Mécanisme du vieillissement hydrothermal sur un composite lin/époxy [18]	32
Figure II.3. Détermination des différents modules résiduels à travers la boucle hystérésis [43]	38
Figure II.4. Mécanismes d'endommagement par la fatigue des composites laminés et évolution du dommage et de la contrainte résiduelle durant la durée de vie en fatigue [77]	46
Figure III.1. Mécanismes d'endommagement par la fatigue des composites laminés et évolution du dommage et de la contrainte résiduelle durant la durée de vie en fatigue [84]	51
Figure III.2. Préimprégné de lin/époxy unidirectionnel Flaxtape 110	52
Figure III.3. Méthode de fabrication des éprouvettes lin/époxy : cycle de cuisson (a), thermocompression (b), découpage (c), éprouvettes (d).	54
Figure III.4. Échantillons de dimensions normalisées selon ASTM D3039	55
Figure.IV.1 Pan de travail des essais et analyses effectués dans le chapitre IV	58
Figure IV.2 Banc d'essai de l'impulsion acoustique	60
Figure IV.3 Machine de traction LMU-150	61
Figure IV.4 Différents paramètres temporels d'une salve de l'émission acoustique	62
Figure IV.5 Algorithme de classification k-moyenne	63
Figure IV.6 : Courbes contrainte/déformation des éprouvettes FE0 obtenues à partir des essais de traction	65
Figure.IV.7 Courbes contraintes/déformation des éprouvettes FE90 obtenues à partir des essais de traction	65
Figure IV.8. Courbes contraintes/déformation des éprouvettes FE45 obtenues à partir des essais de traction	66
Figure IV.9. Courbes contraintes/déformation des éprouvettes FEH obtenues à partir des essais de traction	66
Figure IV.10. Faciès de rupture des échantillons FE0, FE90, FE45 et FEH après les essais de traction	69
Figure IV.11. Classification des événements pour l'éprouvette FE0	73
Figure IV.12. Classification des événements pour l'éprouvette FE90	74
Figure IV.13. Classification des événements pour l'éprouvette FE45	75
Figure IV.14. Classification des événements pour l'éprouvette FEH	76

Figure V.1. Diagramme des différents essais et analyses de vieillissement du composite lin/époxy .....	80
Figure V.2. Échantillon FEH immergée dans de l'eau distillée.....	81
Figure V.3. Bain hygrothermal (Isotemp) avec la balance de précision .....	82
Figure V.4. Dispositif d'essai de traction avec la machine MTS 809 dans une chambre environnementale couplé avec un extensomètre et un thermocouple .....	83
Figure.V.5. Principe du spectromètre infrarouge à Transformée de Fourier (FT-IR).....	84
Figure V.6. Courbe d'évolution de la masse en fonction de la racine du temps sur l'épaisseur des 25 éprouvettes .....	86
Figure V.7. Évolution de l'absorption d'eau des échantillons FEH vieillis à 60°C en fonction du temps des 5 nouvelles éprouvettes .....	86
Figure V.8. Échantillons FEH vieillis dans le bain thermal .....	87
Figure V.9. Exemple d'échantillons vieillis et non vieillis .....	87
Figure V.10. Évolution des paramètres d'impulsion acoustique en fonction du temps : (a) module, (b) Amortissement, (c) fréquence (c).....	89
Figure V.11 Courbe contrainte déformation FEH sain (noir) et FEH vieilli (rouge) [95] .....	90
Figure V.12. Image MEB des échantillons FEH sains a) et vieillis b).....	91
Figure V.13. Spectres FTIR du « prepreg » des éprouvettes FEH saines et vieilles.....	93
Figure V.14. Courbes thermogravimétriques (a) et DTG (b) des échantillons sains et vieillis FEH .....	95
Figure.V.15. Spectres FTIR des éprouvettes soumises à des variations de température de T=-20°C, T=23°C et T=60°C .....	97
Figure VI.1. Démarches expérimentales de l'étude de la fatigue des échantillons FEH .....	100
Figure VI.2. Dispositif de l'essai de fatigue couplé avec l'émission acoustique et la thermographie infrarouge .....	101
Figure VI.3. Identification des variables explicatives de l'endommagement sur la boucle hystérésis .....	103
Figure VI.4 Courbes S-N (rapport de charge vs nombre de cycles) des éprouvettes FEH saines (noir)... ..	105
Figure VI.5. Courbes force déformation au début du cycle et à la fin du cycle pour les niveaux de charge de 0, 8 UTS (a) et 0,7 UTS (b).....	106
Figure VI.6. Énergie dissipée en fonction du nombre de cycles pour trois éprouvettes à niveau de chargement de 0.8 UTS .....	107
Figure VI.7. Courbe hystérésis de FEH sain à 0,7 UTS.....	108
Figure VI.8. Évolution de la déformation minimale en fonction du rapport de cycles pour quatre éprouvettes à chaque niveau de chargement .....	109
Figure VI.9. Évolution de la déformation maximale en fonction du rapport de cycles pour quatre éprouvettes à chaque niveau de chargement .....	109

Figure VI.10. Évolution du module sécant en fonction du rapport de cycle pour une éprouvette à chaque niveau de chargement.....	111
Figure VI.11. Évolution du module tangent en fonction du rapport de cycle pour une éprouvette à chaque niveau de chargement.....	111
Figure VI.12. Évolution du module de fatigue en fonction du rapport de cycle .....	112
Figure VI.13. Représentation des déformations sur une boucle d'hystérésis .....	114
Figure VI.14. Évolution de la déformation élastique moyenne en fonction du rapport de cycle pour les éprouvettes FEH chargées à 0.8UTS jusqu'à 0.4UTS .....	114
Figure VI.15. Évolution du cumul de dommage en fonction du rapport de cycles(a) et après 5000 cycles (b) .....	116
Figure VI.16. Projection des variables sur les axes principaux 1 et 2 .....	117
Figure VI.17. Évolution de l'énergie cumulée en fonction du rapport de cycle de l'échantillon FEH sain à 80%UTS a) et à 70% UTS b) .....	121
Figure VI.18. Nombre de hits en fonction des amplitudes pour les éprouvettes FEH sollicitées à 70% a) et 80%UTS b).....	122
Figure VI.19. Évolution de la température à la surface d'un échantillon FEH à 0.8 UTS.....	123
Figure VI.20. Évolution de la température moyenne en fonction du rapport de cycle à 80% (a) et 70% (b) UTS .....	124
Figure VI.21. Faciès de rupture d'une éprouvette FEH testée en fatigue et en traction .....	125
Figure VI.22. Image MEB du faciès de rupture d'une éprouvette FEH après un essai de fatigue.....	125
Figure VI.23. Images MEB du faciès de rupture d'une éprouvette FEH testé en fatigue.....	126
Figure VI.24. Méthode d'analyse du cumul de dommage des éprouvettes FEH par PCA .....	127
Figure VI.25. Courbes S-N des échantillons sains (noirs) et vieillis (rouge).....	128
Figure VI.26. Lignes de Weibull pour les éprouvettes FEH saines (a) et vieilles (b).....	131
Figure VI.27. Probabilité de rupture en fonction du nombre de cycles des éprouvettes saines (a) et vieilles (b) .....	132
Figure VI.28. Évolution de la courbe d'hystérésis au début des cycles et à la fin des cycles pour les échantillons sains (a) et vieillis (b) pour les chargements de 70% UTS (noir) et 80% UTS (rouge).....	134
Figure VI.29. Évolution de la déformation minimale en fonction du nombre de cycles pour les échantillons sains (a) et les échantillons vieillis (b) .....	135
Figure VI.30. Évolution de la déformation minimale en 5000 cycles pour les échantillons sains (a) et les échantillons vieillis (b) .....	136
Figure VI.31. Évolution du module de fatigue des éprouvettes saines (pointillé) et vieilles (trait plein) .....	137
Figure VI.32. Projection par PCA du dommage des éprouvettes saines (U) et vieilles (A) sollicité à de 0.4 à 0.8 UTS.....	138

Figure VI.33. Énergie absolue cumulée pour les éprouvettes FEH saines et vieilles sollicitées à 0.7 a) et 0.8 b) UTS.....	140
Figure VI.34. Diagramme du nombre de hits en fonction l'amplitude.....	141
Figure VI.35. Images MEB de faciès de rupture des échantillons FEH sains (a) et vieillis (b).....	142
Figure VI.36. Évolution du gain de masse d'eau à chaque cycle en fonction du temps de deux éprouvettes FEH .....	145
Figure VI.37. Évolution de la masse à la fin de chaque cycle de deux éprouvettes FEH .....	145
Figure VI.38. Évolution du module dynamique par impulsion acoustique en fonction du nombre de cycles de vieillissement pour deux éprouvettes FEH .....	146
Figure VI.39. Courbes contrainte-déformation des éprouvettes vieilles .....	147
Figure VI.40. Spectres FTIR des échantillons FEH sains, FEH vieillis au 1er et 7e cycle. ....	149
Figure VI.41. Courbes DTG des échantillons préimprégnés, sains, vieillis après au 1 <sup>er</sup> cycle et au 5 <sup>e</sup> cycle .....	150
Figure VI.42. Diagramme de diffraction X des éprouvettes FEH saines et vieilles au 1 <sup>er</sup> et au 7 <sup>e</sup> cycle. ....	151
Figure VIII.1 Diagramme de modélisation de la courbe S-N.....	166
Figure VIII.2 Processus de Markov pour l'endommagement en fatigue .....	169



## Liste des sigles et abréviations

A	Éprouvettes vieilles
CDS	État caractéristique d'endommagements
CFN	Composite à fibres naturelles
COV	Coefficient de variation
DB	Critère de Davies et Bouldin
DSC	Calorimétrie différentielle à balayage
EA	Émission acoustique
FE0	Configuration de stratifié de lin/époxy $[0]_{12}$
FE45	Configuration de stratifié lin/époxy $[\pm 45]_{3s}$
FE90	Configuration de stratifié lin/époxy $[0/90]_{3s}$
FEH	Configuration de stratifié lin/époxy $[0_2/90_2/\pm 45]_s$
FT-IR	Transformé de Fourier infrarouge
LVQ	Vecteur d'apprentissage de quantification
LPET	Polyéthylène à basse densité
MEB	Microscopie électronique à balayage
PCA	Analyse par composante principal
PP	Polypropylène
RTM	Moulage par transfert de résine
S-N	Contrainte-Nombre de cycle
TGA	Analyseur thermogravimétrique
TIR	Thermographie infrarouge
U	Éprouvettes saines
UD	Renfort à fibres longues unidirectionnelles
USD	Dollars américains
UTS	Contrainte ultime à la traction
UV	Rayons ultra-violets

# **I. CHAPITRE I : INTRODUCTION**

## 1. Généralité

Par définition, les composites à fibres naturelles (CFN) sont des matériaux constitués de l'assemblage d'une matrice (le plus souvent des polymères) dans laquelle baignent des fibres naturelles. Les CFN en plus de leur caractère écologique présentent des propriétés mécaniques spécifiques assez intéressantes. Leur faible densité et leur faible coût de production favorisent leur entrée en compétition avec des composites à fibres synthétiques dans diverses applications en ingénierie comme l'automobile, la marine, l'éolienne, etc. Il faut aussi noter que les réglementations sur la protection de l'environnement contraignent de plus en plus les ingénieurs et les chercheurs à développer de nouveaux matériaux issus de ressources renouvelables appelés « écomatériaux ». Ces réglementations environnementales couplées avec les caractéristiques intéressantes des fibres naturelles ont donc engendré un intérêt pour la recherche sur les CFN durant ces dernières décennies. Pour les applications automobiles par exemple, la légèreté des CFN contribuerait à un gain économique sur le plan de diminution de la consommation de carburant et de protection d'environnement. Une forte majorité de produits fabriqués à base de CFN commencent donc à émerger. La figure I.1 montre quelques exemples de pièces de CFN sur le marché actuellement. On peut toutefois constater que la plupart des pièces mises sur le marché sont non structurelles (aménagements intérieurs de voiture ou d'avion, instruments de musique, de sport, etc.). L'intérêt de l'utilisation du CFN pour les applications structurelles est de plus en plus envisagé par les ingénieurs du fait de sa légèreté, de sa résistance spécifique et de ses avantages pour l'environnement. Le défi pour les ingénieurs serait donc de concevoir ces pièces en CFN qui seront capables de supporter des sollicitations mécaniques à long terme (fatigue) et des expositions à des conditions climatiques hostiles (vieillessement). La fabrication de ces pièces peut toutefois se heurter à certaines difficultés liées au manque d'informations de leur durabilité en fatigue ou de leur vieillissement en milieu hostile. La prise en compte des données de fatigue et de la durabilité environnementale devient donc un enjeu important dans la conception des structures en CFN. Peu d'informations fiables existent dans la littérature sur le comportement en fatigue des CFN, par exemple. À notre connaissance, il n'existe même pas de données expérimentales de fatigue intégrant les paramètres environnementaux pouvant permettre de prédire l'évolution de l'endommagement avec une loi de cumul appropriée. Un des grands défis actuels à relever quant à l'acceptation des CFN pour les applications de structures est de fournir des données fiables aux concepteurs afin de ne pas surdimensionner des structures de CFN ou d'ajouter des facteurs de sécurité très importants. En ce sens, il s'avère donc nécessaire de mener

des études appropriées dans le but de déterminer leur capacité à maintenir leur performance structurale dans des conditions environnementales sévères comme la fatigue et le vieillissement.



Figure 1.1. Applications des composites à fibres naturelles dans le domaine de l'ingénierie des matériaux.

## 2. Problématique

Plusieurs travaux de recherche sur les CFN ont émergé au cours de ces dernières décennies du fait de l'intérêt porté par l'industrie sur ce matériau. La plupart de ces études sont axées sur la caractérisation physico-chimique des constituants des CFN, sur l'influence des traitements améliorant l'adhésion à l'interface fibre/matrice et sur la comparaison des propriétés mécaniques statiques avec composites à fibres synthétiques. Malgré les efforts entrepris par les chercheurs sur ce matériau, un champ d'études des CFN demeure pour l'instant peu exploité. Il s'agit de l'étude de leur durabilité ou de leur comportement à long terme. On définit la durabilité dans ce travail comme étant la résistance à la détérioration lente dans le temps du matériau résultant de causes externes (fatigue, vieillissement environnemental, fluage, etc.). La fatigue et le vieillissement environnemental constituent à eux seuls les principales causes externes d'endommagement ou de rupture de la majorité des pièces de structure. L'étude des phénomènes d'endommagement par fatigue et par vieillissement environnemental demeure donc un enjeu important pour évaluer la durabilité des CFN.

Le défi majeur de l'étude de la durabilité d'un matériau comme les CFN est la bonne interprétation des phénomènes de dégradation mis en jeu au sein du matériau. Ceci permet de faire le lien de la cinétique de la dégradation avec la durée de vie du matériau. La bonne analyse et l'interprétation des variables d'endommagement permettent d'établir de critères de rupture ou des modèles prédictifs de la durée de vie du matériau. Pour les CFN, l'étude de leur comportement à long terme demeure difficile du fait de la complexité des mécanismes d'endommagement. La complexité du processus d'endommagement au sein du CFN est liée à l'hétérogénéité de ce matériau [1]. On n'observe pas de concentration de l'endommagement en un point comme cela en est le cas pour les métaux où l'endommagement ne se limite qu'au phénomène d'amorçage et de propagation de fissure en un point localisé. On assiste à une présence de différents types de mécanismes de microfissures au sein du matériau qui rendent difficile la définition de critères de rupture qui expliqueraient l'endommagement [2, 3]. Certains chercheurs essaient tant bien que mal d'appliquer les données des structures monolithiques pour expliquer le comportement en fatigue des CFN, mais ces descriptions restent encore floues. En plus de la difficulté liée à la complexité du mécanisme d'endommagement, il faut ajouter le phénomène de variabilité des CFN qui ne facilite pas la bonne interprétation des données [4]. La problématique de variabilité des données n'est certes pas unique aux CFN, mais leur particularité est que cette variabilité est plus importante que celle des composites à fibres synthétiques [5, 6]. Il faut noter que les ingénieurs des bureaux d'études qui procèdent au dimensionnement d'une structure, en plus de s'assurer de la bonne tenue mécanique du matériau utilisé pour la fabrication d'une pièce, doivent aussi vérifier que le matériau en question a une durée de vie acceptable lorsqu'il sera exposé à des conditions climatiques défavorables. Tout comme l'étude de la durabilité mécanique, l'étude du comportement à long terme des CFN en conditions climatiques défavorables comporte également certains défis. Il existe une variété d'états d'expositions et de méthodes de vieillissement. Les résultats obtenus à partir des différentes expériences sont cependant difficiles à comparer. En fonction de l'utilisation du matériau dans des conditions environnementales (la solution utilisée pour l'immersion par exemple), de la durée de l'étude et les différents tests mécaniques utilisés pour évaluer l'effet du vieillissement, plusieurs résultats hétérogènes peuvent être obtenus sur un même matériau. L'utilisation de vieillissements accélérés en laboratoire simulant l'environnement d'application est très commune dans le domaine de la recherche scientifique. La théorie d'Arrhenius permet de considérer l'effet de temps et de température comme équivalent. Le matériau est donc vieilli prématurément en

utilisant un paramètre accélérant, généralement la température. Dans la réalité, les conditions de vieillissement naturel sont longues et complexes. Pour le vieillissement hygrothermal par exemple, on assiste dans la nature à un phénomène d'absorption et de désorption d'eau au cours de l'exposition à l'eau que d'une absorption permanente. On retrouve malheureusement moins d'études de durabilité environnementale qui prennent en considération ce type de mécanisme de vieillissement cyclique par mouillage-séchage que subissent les matériaux de façon naturelle. Pour mieux prévoir le vieillissement des CFN, il s'avère donc nécessaire de faire un choix judicieux des facteurs de vieillissement pour que ceux-ci reflètent les conditions réelles d'utilisation des matériaux.

### **3. Objectifs**

Au regard de ce bref contexte de l'état de l'art des CFN, il s'avère nécessaire de se pencher sur l'étude du comportement à long terme en vue de permettre aux ingénieurs de disposer des bases de données comme des abaques sur ce type de matériau. Le but principal de cette thèse est d'étudier le comportement à long terme en fatigue mécanique et en fatigue hygrothermale d'un CFN quasi isotrope de lin/époxy. Divers sous-objectifs permettent d'atteindre ce but :

- Comprendre le comportement mécanique quasi-statique de ce matériau et de pouvoir évaluer l'influence du vieillissement environnemental sur ces propriétés mécaniques, physiques, thermiques et chimiques.
- Comprendre le comportement mécanique à long terme par fatigue de ce composite et l'influence du vieillissement hygrothermal sur l'évolution des propriétés mécaniques en fatigue.
- Étudier l'évolution du comportement mécanique quasi-statique de ce matériau après un vieillissement cyclique immersion/séchage

### **4. Organisation de la thèse**

La démarche de notre étude a été subdivisée en deux étapes. Dans la première étape, les propriétés physiques, le comportement mécanique du CFN et l'influence du vieillissement environnemental sur les propriétés de ce matériau ont été préalablement évalués. Par la suite, le comportement à long terme en fatigue mécanique et en vieillissement cyclique a été étudié en se basant sur des analyses des résultats obtenus au cours de la première étape de cette étude.

À la première étape, le comportement mécanique quasi-statique et les propriétés de ce matériau ont été étudiés en vue de disposer des données suffisantes pour entamer l'étude du comportement à long terme. On essaie par la suite de comprendre l'évolution de l'endommagement générée au



cours des sollicitations mécaniques et environnementales avant d'entamer l'étude de leur comportement à long terme.

Cette thèse a été donc subdivisée en sept chapitres :

- Dans le chapitre 1, on a présenté un bref état de l'art sur les CFN qui a permis d'identifier le défi à relever en vue de l'acceptation de l'utilisation des CFN pour des applications de structure en ingénierie. On a remarqué que malgré l'avancée considérable dans la mise en procédé des CFN, dans l'amélioration de leurs propriétés, on a un manque réel d'informations sur leur comportement à long terme. D'où le but de ce travail qui est d'étudier le comportement à long terme par fatigue, et par vieillissement hygrothermal d'un CFN.
- Le chapitre 2 dresse une brève revue bibliographique sur les fibres naturelles et sur les CFN en général. On y expose aussi l'état de l'art sur des thèmes pertinents qui sont : le vieillissement environnemental et la fatigue. Cette revue a permis de constater qu'il reste du travail à faire afin de comprendre les phénomènes pouvant contribuer à la dégradation des propriétés des CFN au cours de leur durée de vie.
- Le chapitre 3 présente les différentes démarches pour le choix du CFN à étudier dans ce travail et les propriétés physiques de ce matériau fabriqué par thermocompression.
- Le chapitre 4 évoque le comportement mécanique quasi-statique en traction de ce matériau dépendamment de la configuration des fibres au sein du matériau. Il expose les analyses des mécanismes liés à l'endommagement par sollicitation mécanique en traction de ces différents stratifiés.
- Le chapitre 5 évalue l'influence du vieillissement environnemental sur le comportement mécanique quasi-statique d'une des configurations du lin/époxy ainsi que l'influence du vieillissement sur ces propriétés chimiques et thermiques.
- Le chapitre 6 étudie le comportement à long terme par fatigue mécanique et par vieillissement cyclique de la configuration choisie précédemment dans le chapitre 5.
- Pour finir, le chapitre 7 présente une conclusion générale des différents résultats obtenus. On fait une suggestion pour les investigations futures qui pourra aider à l'évolution des travaux sur l'étude du comportement à long terme des CFN.

## **II. CHAPITRE II : REVUE DE LA LITTÉRATURE SCIENTIFIQUE**



Dans ce chapitre, on va présenter quelques définitions sur les composites et l'état de l'art des composites à fibres naturelles. On abordera ensuite une exposition de la revue bibliographique sur l'étude du vieillissement des CFN et sur l'étude de leur comportement mécanique statique et dynamique. Ce chapitre se termine par un bilan de l'état actuel de la recherche sur les CFN.

## II.1. Les composites à fibres naturelles

### II.1.1. Généralité sur les fibres naturelles

Les fibres naturelles proviennent généralement de trois sources essentielles : animale, minérale et végétale. Dans ce travail, on porte un intérêt plus particulièrement à des fibres d'origine végétale comme le chanvre, le jute ou le lin. On se sert essentiellement de ces fibres comme renfort dans les composites. Ces fibres sont présentées dans la littérature comme de possibles candidats au remplacement des fibres synthétiques à l'instar des fibres de verre [7, 8]. La Table II.1 regroupe de façon non exhaustive les différentes caractéristiques des fibres naturelles. De nombreux avantages liés à sa disponibilité, à sa facilité de mise en œuvre, à son impact écologique en font la fibre la plus intéressante pour l'industrie.

Table II.1. Caractéristique des fibres naturelles

Avantages	Inconvénients
➤ Faible Coût.	➤ Qualité variable des fibres.
➤ Matières premières abondantes	➤ Propriétés anisotropes des fibres.
➤ Renouvelable.	➤ Faible adhésion entre fibre et matrice.
➤ Module spécifique et résistance spécifique assez élevés.	➤ Absorption abondante de l'humidité.
➤ Faible densité.	➤ Faible résistance thermique.
➤ Non abrasive.	➤ Discontinuité des fibres.
➤ Meilleure isolation acoustique et thermique.	➤ Conditions d'opérations limitées en température.
➤ Biodégradable.	➤ Sensibles aux attaques microbiennes
➤ Faible consommation d'énergie durant les procédés de fabrication.	
➤ Fabrication facile.	
➤ Pas d'émission de CO <sub>2</sub> .	

Un aspect moins avantageux des fibres naturelles est la qualité variable des fibres. Des études menées sur l'évaluation des propriétés mécaniques des fibres naturelles montrent une certaine variabilité liée aux paramètres intrinsèques et extrinsèques des fibres. Yan et al. [9] ont répertorié quelques facteurs pouvant affecter les propriétés mécaniques et créer la variabilité des fibres (voir Table II.2). Ces facteurs sont essentiellement dus à la condition de culture et de la récolte des plantes qui sont très dépendant de la saison ou de la variété de plant cultivé. Le procédé d'extraction des fibres, le traitement de surface ainsi que les conditions d'essais sont des facteurs qui peuvent influencer sur les propriétés mécaniques de ces composites. Certains de ces facteurs peuvent être toutefois contrôlés ce qui permet de minimiser la variabilité des composites.

*Table.II.2. Les différents paramètres influençant sur la variabilité des propriétés mécaniques du lin*

<b>Croissance de la plante</b>	Type de fibres, conditions de culture, condition climatique locale
<b>Étape de la récolte</b>	La maturité de la fibre a des effets sur : l'épaisseur de la paroi cellulaire, la taille des fibres, l'adhérence entre les fibres et la structure environnante, la taille et la forme du lumen, la porosité, l'angle de la microfibrille
<b>Étape d'extraction des fibres</b>	Processus de rouissage et de teillage, type de méthode de peignage.
<b>Stade de fourniture</b>	Conditions de transport, conditions d'entreposage, âge des fibres
<b>Conditions des tests</b>	Vitesse de l'essai, longueur initiale de la jauge de déformation, humidité, température, mesure de la rigidité en différent points de la courbe de contrainte déformation
<b>Traitement de Surface</b>	Traitement chimique, traitement physique, séchage, etc.

### *II.1.2. Les matrices*

Il existe une grande variété de matrices qui sont soit d'origine minérale ou organique. Dans ce travail, on s'intéresse à des matrices organiques thermodurcissables. Ce type de matrice est généralement utilisée pour la fabrication des composites de structure du fait de leurs propriétés mécaniques assez intéressantes. Les résines thermodurcissables sont essentiellement utilisées

pour des pièces de structures à cause de leur caractéristique mécanique élevée. Leur rôle essentiel de la matrice est de maintenir les fibres en place, de transmettre et de distribuer les sollicitations mécaniques extérieures à la fibre.

L'utilisation des agents couplage entre fibres/matrice ou des traitements des fibres permettent de renforcer l'interface fibre/matrice et d'améliorer leurs propriétés.

### *II.1.3. Composites à fibres naturelles (CFN)*

Les CFN résultent de l'association d'une matrice avec des renforts de fibres naturelles. Il existe une variété de configuration CFN avec différentes tailles et orientation de fibres. Les techniques de fabrication des CFN les plus couramment utilisées sont : la thermocompression, l'autoclave, le RTM (moulage par transfert de résine), l'infusion et le drapage manuel.

On peut classer les CFN en différentes familles suivant la morphologie des fibres (courtes, longues) ou suivant la distribution spatiale des fibres dans la matrice (aléatoire, orientée, etc.). Les composites dits structuraux se distinguent des autres composites par l'utilisation de fibres continues organisées sous forme de plis unidirectionnels.

### *II.1.4. Propriétés mécaniques des composites structuraux à fibres naturelles*

Les caractéristiques mécaniques des composites dépendent principalement de la composition du matériau, des caractéristiques des fibres, de l'architecture du composite et du procédé de fabrication [10, 11]. Parmi les variétés de composites, les composites dits structuraux présentent les caractéristiques mécaniques les plus élevées. Ces composites structuraux sont essentiellement des stratifiés de fibres longues. Leur comportement mécanique est quasi-linéaire comparativement aux autres types de CFN. Certains de ces CFN peuvent concurrencer des composites à fibres de verre en termes de propriétés mécaniques spécifiques. Un exemple de comparaison des propriétés mécaniques du composite unidirectionnel du lin/polyester avec le composite de verre/polyester a été illustré par la Table II.3.

Table II.3. Propriétés du lin/polyester comparé avec le verre/polyester [12]

Propriétés en fatigue et en traction des composites unidirectionnels de lin/polyester et Verre-E/polyester					
	Propriétés		Lin	Verre E	Lin/Verre E
Physique	Fraction volumique des fibres	%	30,9	42,8	0,72
	Densité	g.cm <sup>-3</sup>	1,31	1,79	0,732
Traction	Rigidité	GPa	23,4	36,9	0,634
	Rigidité spécifique	GPa/g cm <sup>-3</sup>	17,9	20,6	0,869
	Rigidité spécifique des fibres	GPa	67,6	81,6	0,828
	Contrainte à la rupture	MPa	277	826	0,335
	Contrainte à la rupture spécifique	MPa/g cm <sup>-3</sup>	213	461	0,462
	Contrainte à la rupture des fibres	MPa	883	1920	0,460
	Déformation à la rupture	%	1,70	1,90	0.895
Physique	Fraction volumique des fibres	%	26,9	30,0	0,897
	Densité	g.cm <sup>-3</sup>	1,29	1,64	0,787
Fatigue ( $R = 0,1$ )	Contrainte à la rupture au 1 <sup>er</sup> cycle	MPa	236	567	0,416
	Contrainte à la rupture à 10 <sup>6</sup> cycles	MPa	115	204	0,564

La Table II.4 montre une liste non exhaustive du module élastique des composites structuraux de lin/époxy recueillis dans la littérature. Les résultats de la Table II.4 montrent une forte dépendance du module élastique avec, la fraction volumique des fibres, le procédé de fabrication, avec le type de résine utilisée et même avec l'orientation des fibres. On peut même constater pour un même matériau, fabriqué avec le même procédé le module de Young ( $E_T$ ) diffère du module en flexion ( $E_F$ ). Cette différence est surtout attribuée à l'hétérogénéité du matériau.

Ces données publiées dans cette article démontrent la pertinence d'un choix judicieux des paramètres liés à la composition du composite ou au procédé de fabrication afin d'assurer les propriétés mécaniques meilleures pour le composite.

Table.II.4. Module de lin/époxy en fonction du taux volumique, du procédé et du type de résine [10]

Type de fabrication	Fraction volumique $V_f$ ( $W_f$ )%	Type d'époxy	Procédé	$E_T$ (GPa)	$E_F$ (GPa)
Weave Warp knit [0/90] <sub>2</sub>	28	Araldite MY-750	Drapage manuel	14	15
UD	59 à 64	Epikote 828LVEL	Drapage manuel	32,1 ± 0.4	23
Weave Warp knit [0/90] <sub>2</sub>	28	Araldite MY-750	RTM	14	17
Tissu	54	Resin SP106	RTM	1,8	7
Tissu Twill 2×2	31 à 36	Huntsman LY5150	Autoclave	9,1± 0,3 à 10± 0,2	5,2 à 9,2
UD [0] <sub>7</sub>	40	HM 533	Autoclave	26±1	18±3
Tissu [0] <sub>3</sub>	(35,5)	Ampreg20	Infusion	6,86±0,14	--
Tissu [0/90/0]	(35,1)	Ampreg20	Infusion	7,37±0,15	--
UD	57	Epikote 828LVEL	Thermo-compression	26,3±2,1	18

## II.2. Vieillessement et mécanisme de vieillissement des composites à fibres naturelles

Le vieillissement d'un matériau se décrit comme étant une dégradation lente et irréversible des propriétés du matériau par rapport à son état initial. Le vieillissement consiste à exposer un matériau aux phénomènes environnementaux, chimiques de façon naturelle ou artificielle. Le phénomène de vieillissement crée pour la plupart du temps la modification des propriétés d'un matériau. Diverses dégradations physico-chimiques sont donc générées lors au cours du vieillissement au sein d'un composite : le gonflement, l'hydrolyse, la photo-oxydation, la plastification, la décohésion fibre/matrice, etc. Les CFN ont quant à eux une forte sensibilité aux paramètres environnementaux comme les rayons ultra-violet (UV), la température, l'humidité dans l'air et le contact avec l'eau [13, 14]. On assiste généralement à la dégradation de leurs

propriétés mécaniques. Cette dégradation varie en fonction de la nature de la fibre, de la matrice utilisée, de la structure du matériau (la composition, l'agencement des fibres), des conditions de vieillissement, etc. La surface du composite et l'interface fibre/matrice sont des sites les plus vulnérables lors du vieillissement d'un CFN. Certains constituants du composite comme les fibres ou la matrice peuvent parfois aussi être attaqués.

Dans la littérature, les études sur le vieillissement de CFN sont en nette progression depuis quelques décennies (Figure II.1). Une collecte de ces articles dans la base de données Scopus montre que les techniques de vieillissement accélérées sont le plus souvent utilisées aux dépens du vieillissement naturel. Plusieurs travaux utilisent la technique de vieillissement accéléré pour évaluer les propriétés mécaniques résiduelles et prédisent la perte des propriétés à long terme en se basant sur l'hypothèse de la loi d'Arrhenius. Cette loi suppose que si un seul phénomène de dégradation survient dans une certaine plage de température et qu'aucun autre mécanisme supplémentaire ne se déclenche, l'effet temps et température pourrait être considéré comme équivalent. La réalité demeure que le vieillissement naturel implique à la fois plusieurs facteurs environnementaux et plusieurs propriétés.

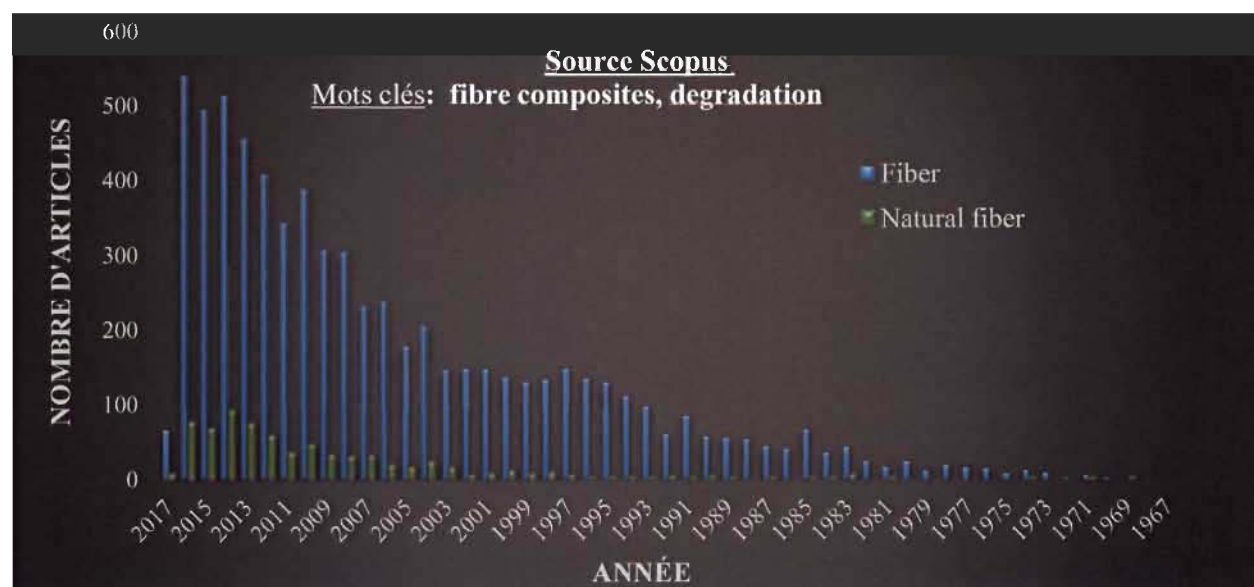


Figure II.1. Nombre d'articles de journaux publiés sur l'endommagement par effets environnementaux (humidité, thermique, abrasion, UV) des composites à fibres naturelles. (Source : [www.scopus.com](http://www.scopus.com)).

### II.2.1. Le vieillissement par absorption d'eau et ses mécanismes pour un CFN

L'immersion des CFN dans l'eau est un processus de vieillissement accéléré qui engendre la diffusion de l'eau dans le matériau jusqu'à atteindre une certaine stabilisation appelée phase de saturation. Deux approches sont utilisées pour décrire le mécanisme de diffusion de l'eau :



- L'approche moléculaire : liée à l'affinité des molécules d'eau à des sites polaires actifs du matériau (essentiellement les celluloses et les hémicelluloses pour les fibres naturelles). En effet, la présence des groupements d'hydroxyle (OH) et des liaisons oxygène dans les molécules de celluloses et d'hémicelluloses facilitent la fixation des molécules d'eau sur les fibres [15, 16]. Ce comportement des fibres naturelles avec l'eau est appelé l'hydrophilie.
- La théorie des volumes libres : liée à la diffusion d'eau au sein des CFN à travers les microvides et les interstices dans le composite (Figure II.2 a et b). Les molécules d'eau occupent des espaces libres au sein du matériau. Ces cavités sont souvent présentes soit dans les zones interfaciales fibre/matrice ou soit par la présence de porosité des CFN.

La diffusion d'eau au sein d'un CFN provoque des modifications physico-chimiques altérant les propriétés d'utilisation du matériau comme les propriétés mécaniques. Trois changements physico-chimiques sont souvent observés lors de l'absorption d'eau d'un CFN : le gonflement, la plastification et l'hydrolyse.

Le gonflement est une modification physique qui génère un problème de stabilité dimensionnelle entre les composants du composite sans modification chimique. Cette modification physique se traduit par un changement volumétrique qui génère des contraintes internes dans la matrice et au niveau des interfaces fibre/matrice qui sont les sites les plus sensibles à l'initiation d'un endommagement.

La molécule d'eau peut aussi jouer un rôle de plastifiant en s'intercalant entre les chaînes du réseau polymères. Il s'agit essentiellement d'un phénomène physique qui se traduit par la modification des structures polymères. Elle se substitue aux liaisons secondaires entre des groupes polaires portés par des chaînes voisines pour établir des liaisons préférentielles avec chaque chaîne. La plastification se déroule le plus souvent au niveau de la résine. Elle touche souvent les composites à matrice époxy. La plastification engendre une réorientation cristalline des polymères ce qui fait baisser la température de transition vitreuse ( $T_g$ ) du matériau. Cela crée aussi une modification des propriétés mécaniques comme la diminution du module de Young, de la contrainte à rupture et l'augmentation de l'allongement [17]. Ces changements des propriétés physiques et thermiques sont le plus souvent réversibles après séchage du matériau.

L'absorption de l'humidité se traduit aussi par l'initiation des réactions chimiques entre l'eau et les polymères, il s'agit des phénomènes d'hydrolyse. L'hydrolyse génère donc la décomposition

de certaines molécules polymères du composite par l'eau. Cela entraîne la fragilisation de certains sites du composite et une dégradation des propriétés mécaniques.

En résumé, la diffusion de l'eau crée généralement des modifications physiques qui altèrent des propriétés mécaniques du matériau. Le matériau peut dans certains cas retrouver ces propriétés mécaniques en absence d'endommagement. Il arrive dans certains cas que les modifications chimiques qui se superposent aux effets physiques. Ces phénomènes influent directement sur les propriétés mécaniques du matériau. Les images de la Figure II.2 résument les mécanismes liés à l'absorption d'eau par un CFN décrits précédemment. On observe surtout le gonflement de la fibre qui engendre l'affaiblissement au niveau des interfaces et génère la création de microfissures qui demeurent ou s'amplifie après même le séchage le matériau [18, 19].

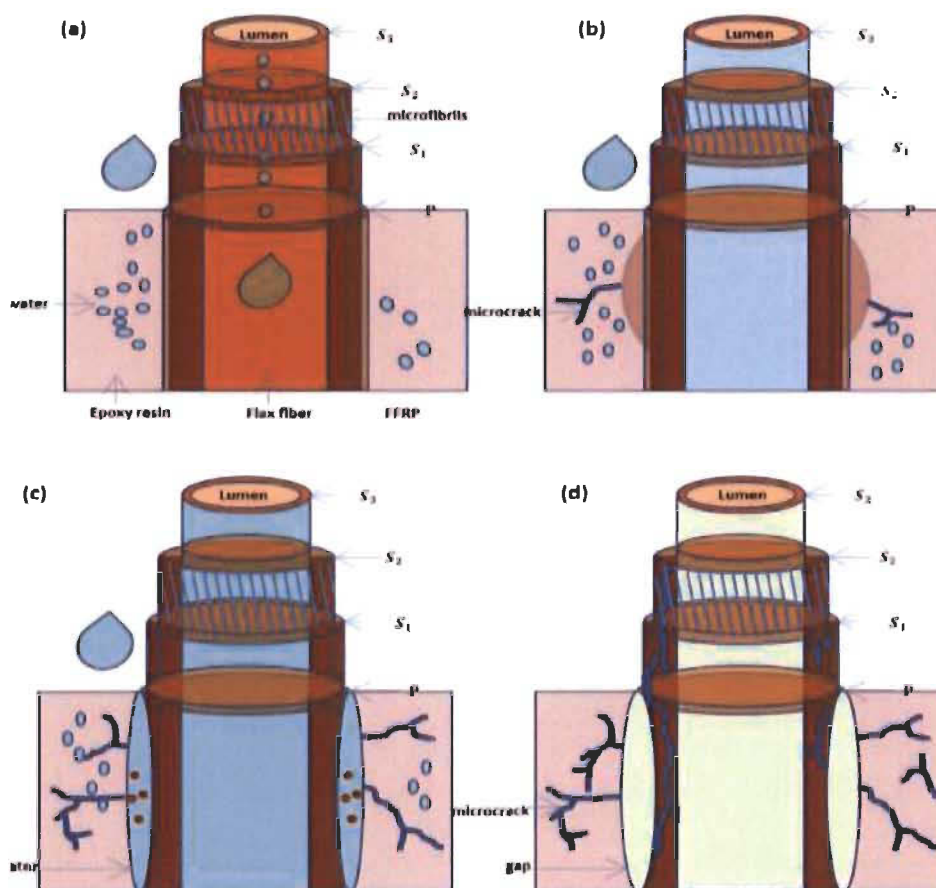


Figure II.2. Mécanisme du vieillissement hydrothermal sur un composite lin/époxy [18]

### II.2.2. Vieillessement thermique et ses mécanismes pour un CFN

Les fibres naturelles sont très sensibles à la dégradation thermique. Elles ne peuvent pas être utilisées pour des procédés de fabrication de composites nécessitant des températures excédant 200°C [20, 21]. Les analyses par thermogravimétrie (TGA) et par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) sont les méthodes les plus utilisées pour étudier la dégradation thermique des



fibres naturelles. Le DSC permet notamment de mesurer les transitions de phase, la capacité calorifique d'un matériau au cours d'une variation de température. Dans le cas des CFN, cette mesure permet de détecter la température de transition vitreuse et l'état de cristallisation de chaque constituant du composite. La limite de température de transition vitreuse est la température à laquelle les propriétés mécaniques commencent à changer de façon significative. Pour des températures en dessous de la température de transition vitreuse, les chaînes polymères présentent une faible mobilité relative. Ils deviennent durs et fragiles. Ils sont à l'état vitreux. Les tests de TGA permettent de connaître la stabilité thermique du matériau. Cette technique mesure la perte de masse en fonction de l'évolution de la température. Le processus de dégradation des fibres naturelles se fait généralement suivant deux étapes. La première étape est la déshydratation des fibres combinée à la volatilité de certains composants. Cette étape est suivie d'une rapide perte de masse liée à décomposition par oxydation des polymères. La première réduction de masse est associée à la dépolymérisation de l'hémicellulose et une décomposition des liaisons entre les celluloses. La décomposition de la lignine se fait généralement entre 200 à 500°C [22]. En effet, les liaisons entre la lignine et la cellulose ont tendance à se cliver facilement à cause de leur composition chimique complexe. Leur dégradation de la lignine occupe donc une large gamme de température. Dépendamment de leurs constitutions (fibre, matrice et agent de couplage), les CFN subissent des changements de dimension lors d'une variation de température. À des températures de 100 à 200°C par exemple, on constate un phénomène de fluage et de distorsion de certains composites à matrice polymères. L'augmentation de température altère la structure d'un CFN par une augmentation de la mobilité des chaînes polymères qui engendre un phénomène de fluage, qui peut être suffisante pour entraîner des fissures lors du refroidissement du matériau. La dilatation des polymères au sein des CFN qui crée à son tour des contraintes locales à l'interface fibre/matrice. Entre 300 et 500°C, la matrice polymère se décompose en libérant des matières volatiles toxiques [23]. L'augmentation de la température peut soit causer directement une expansion thermique au sein du matériau qui affectera les propriétés mécaniques ou soit favoriser indirectement une forte absorption de l'humidité qui conduit également à la dégradation des propriétés thermiques. L'avantage du lin est qu'il présente une meilleure résistance thermique parmi les fibres naturelles en raison de sa faible teneur en lignine [24].

### *II.2.3. Quelques exemples d'articles parlant du vieillissement des CFN*

Popa et al. [25] ont étudié l'effet combiné UV, humidité et température sur le comportement mécanique d'un polypropylène renforcé avec 60 % de fibres de chanvre courtes soumis à une exposition de 600 h aux UV et à l'humidité. Après le vieillissement par UV, ils observent une réduction de la résistance de rupture, une diminution de la déformation de rupture, de la résistance d'impact de Charpy, mais par contre ils observent une augmentation du module de Young. Ils expliquent cette perte de propriétés mécaniques par le processus de photodégradation dans le polymère et dans les fibres qui entraîne la rupture des chaînes dans le polymère. Par contre, aucune explication n'est donnée à l'augmentation du module de Young. Mais une exposition à la fois aux UV et à l'humidité diminue considérablement les propriétés mécaniques y compris le module de Young.

Thuault et al. [26] a étudié l'influence hygrothermale sur les propriétés mécaniques des composites à fibres de lin et ils ont constaté une perte des propriétés mécaniques qui varie suivant le temps d'exposition des échantillons. Assarar et al. [14] a aussi étudié le comportement hygrothermal d'un laminé lin/époxy et du verre/époxy. Ils ont observé que le vieillissement hygrothermal dégrade le module de Young des deux composites, mais les propriétés élastiques du lin/époxy sont plus affectées que celles du verre/époxy. Pour eux, cette perte des propriétés élastiques est surtout due à l'endommagement à l'interface fibre/matrice. Ces différents articles illustrent les différents mécanismes physico-chimiques et mécaniques observés lorsqu'on soumet les CFN aux rayons UV, à l'humidité et à la température. L'ampleur de la dégradation des propriétés mécaniques face au vieillissement environnemental dépend surtout de la composition du CFN.

Le portrait de la revue de littérature sur le vieillissement montre un manque de données dans l'étude vieillissement hygrothermal cyclique à long terme ou sur l'étude du vieillissement sur le comportement mécanique à long terme des CFN. Ce sont ces deux volets qu'on aura à étudier dans la suite de cette thèse. L'influence des paramètres d'exposition sur le comportement mécanique à court et à long terme du composite va être quantifiée. L'effet unique de la température sur le comportement mécanique spontané sera également évalué.

### **II.3. Fatigue des composites à fibres naturelles**

La fatigue est une sollicitation répétée du matériau à des contraintes inférieures à sa contrainte à la rupture. Le phénomène de défaillance par fatigue se produit généralement à des niveaux de contraintes pour lesquels la limite d'élasticité macroscopique du matériau n'est pas atteinte. En

effet, la répétition à long terme des contraintes conduit à un cumul de microdommages et à une perte irréversible des propriétés mécaniques. Ce processus de détérioration progressive des propriétés mécaniques au cours du temps est appelé endommagement par fatigue. La quantification de l'évolution de propriétés mécaniques et /ou des observations optiques ou sonores permettent d'évaluer le comportement en fatigue des matériaux. Dans la suite, les techniques d'identification des mécanismes d'endommagement en fatigue et les différentes méthodes d'évaluation de critères d'endommagement vont être exposées pour les composites en général.

### *II.3.1. Endurance en fatigue*

L'endurance ou la durée de vie d'un matériau est définie comme étant la période à laquelle un matériau doit conserver sa fonctionnalité sans nécessiter des réparations importantes des dommages. Celle-ci dépend surtout des conditions d'utilisation mécanique du matériau. Les essais classiques de fatigue permettent de déterminer la durée de vie en fatigue d'un matériau. Ces tests consistent à soumettre l'éprouvette à un type de chargement (tension-tension, tension-compression, compression- compression) répété avec un rapport de charge  $R$ , qui est défini comme étant le rapport de la contrainte minimum sur la contrainte maximum. Les éprouvettes sont testées sous plusieurs niveaux de charge allant de 10% à 80% de la contrainte ultime  $\sigma_r$  (UTS). Ces différents tests permettent de construire la courbe de la contrainte maximale en fonction de la durée de vie des éprouvettes. Cette courbe est appelée courbe de Wöhler ou courbe S-N (Stress-Number of cycle). Elle fournit la tenue sous chargement en fatigue du matériau et permet de déterminer la limite d'endurance ( $\sigma_d$ ) en fatigue de la pièce. La limite d'endurance est la contrainte en dessous de laquelle le matériau ne connaîtra pas de défaillance par la fatigue. La courbe de Wöhler ne donne aucune indication sur l'endommagement du matériau ou sur les mécanismes d'endommagement. La courbe S-N est généralement monotone et quasi linéaire pour les CFN. Certaines études ont montré que leur rapport d'endurance est au-dessus de celui des métaux [27].

### *II.3.2. Mécanismes d'endommagement des composites stratifiés*

Indépendamment de sa composition et de sa structure, l'endommagement d'un composite stratifié par fatigue est un processus assez complexe. Cet endommagement ne se fait pas uniquement en surface ou de façon localisée comme dans le cas des métaux. Des ruptures et des fissures apparaissent à des échelles plus ou moins grandes et à de différents points du matériau. Les principaux mécanismes qui sont essentiellement observés lors de l'endommagement sont : la

décohésion entre fibres/matrice, fissuration de la matrice, la rupture des fibres et le délaminage. Ces mécanismes ne diffèrent pas des mécanismes obtenus lors d'un essai mécanique spontané.

La décohésion résulte des concentrations de contrainte à l'interface fibre/matrice lorsqu'apparaissent des fissurations dans la matrice sous sollicitation. La fissuration transverse de la matrice est quant à elle causée par les concentrations de contrainte générées par les irrégularités géométriques au sein de la matrice. La rupture des fibres et la fissuration longitudinale de la matrice sont dues à la sollicitation dans le sens des fibres ou à des concentrations de contraintes dues à une irrégularité ou à la présence des microporosités dans le matériau. À l'échelle du stratifié, on distingue les phénomènes de fissuration entre deux plis qui sont appelés le délaminage. Ce phénomène est provoqué par l'augmentation et la propagation des microfissures dans chaque pli. La concentration de ces contraintes intralaminaires génère alors une propagation des fissures qui traversent les plis et engendre le délaminage des plis.

On distingue généralement 4 voire 5 grands mécanismes d'endommagement lors de la sollicitation par fatigue d'un composite stratifié : la microfissuration transverse et/ou longitudinale de la matrice, la décohésion fibre matrice, la rupture des fibres et le délaminage. Toutefois, la cinétique de l'endommagement n'est pas la même que celle du chargement quasi statique. Elle est conditionnée par le cycle de chargement et les microfissurations engendrées par le chargement. L'évolution de l'endommagement en fatigue des composites est constituée généralement de 3 grandes phases :

➤ La première phase se manifeste par une perte brusque du module résiduel ou une augmentation du dommage. Cette phase est caractérisée essentiellement par la fissure matricielle. D'autres mécanismes comme la rupture de la fibre peuvent aussi apparaître dans certains cas où les fibres présenteraient des contraintes à la rupture assez faible par rapport à la matrice. Tous les autres processus comme le délaminage et la décohésion s'en suivent et sont initiés soit par cette fissuration dans la matrice ou soit par la contrainte aux interfaces. Ces fissures dans la matrice se multiplient dans chaque couche jusqu'à atteindre une densité seuil où il n'y a plus de création de nouvelles fissures. Cet état de saturation est appelé « Characteristic Damage State (CDS) ». Le CDS est indépendant à la charge appliquée.

➤ Dans la deuxième phase qui occupe à peu près 90% de la durée de vie, on observe une perte de rigidité, mais avec une cinétique assez lente. Les mécanismes d'endommagement qui apparaissent sont l'apparition de la décohésion entre fibres/matrice pour les composites unidirectionnels en général et le début de délaminage entre les différentes couches. La densité de

fissure augmente dans chaque laminé à mesure que le chargement continue. Les couches adjacentes subissent aussi des endommagements intralaminaires avec une propagation de la fissure qui se poursuit d'une couche à l'autre ce qui conduit à un accouplement de fissure.

➤ La dernière phase qui est caractérisée par une chute très rapide du module est difficilement mesurable avant la rupture. On observe l'apparition des fissures macroscopiques soit par la progression du délaminage ou soit par la rupture des fibres. Les autres mécanismes d'endommagement se déroulent simultanément à l'intérieur du composite.

### *II.3.3. Évaluation de l'endommagement par fatigue*

L'étude de l'endommagement en fatigue d'un matériau permet de comprendre la cinétique des propriétés mécaniques au cours de la fatigue et de corréler les différents mécanismes d'endommagement qui sont liés à cette perte des propriétés. En effet, les changements microstructuraux au sein du matériau occasionnent une variation des propriétés mécaniques à l'échelle macroscopique. L'analyse de l'évolution de l'endommagement en fatigue se fait souvent par la mesure de l'évolution de certains paramètres mécaniques à l'échelle macroscopique. Les paramètres mécaniques les plus utilisés pour évaluer la cinétique de l'endommagement sont : les modules apparents (la perte de la rigidité) [28-33], l'énergie dissipée [31, 34-37], la déformation permanente ou la contrainte résiduelle [38-41].

### *II.3.4. Les modules résiduels*

L'étude de l'évolution des modules résiduels en fatigue pour les matériaux composites se fait généralement par la détermination des pentes de la boucle hystérésis. Le chemin de charge et décharge de la courbe contrainte-déformation étant généralement non confondu, il existe donc dans la littérature plusieurs définitions du module. Ces différents modules sont représentés sur la Figure II.3. Les modules les plus couramment utilisés sont le module sécant ( $E_s$ ), le module de fatigue ( $E_f$ ) et le module tangent ( $E_{ch}$ ) au début ( $E_{ch,D}$ ), à la fin ( $E_{d,ch,F}$ ) du chargement ou soit au maximum de la charge ( $E_{ch,F}$ ). Le module tangent est la tangente de la boucle d'une partie de la boucle d'hystérésis. Certains auteurs ne considèrent que la tangente au début de la décharge, car elle correspond à la réponse élastique du matériau. Le module de fatigue ( $E_f$ ) par définition est le rapport de la contrainte maximale sur la déformation maximale. Ce module a été utilisé pour la première fois par Hwang et Han en 1985 [42] pour étudier l'évolution de l'endommagement. Le module sécant est défini comme la pente de la boucle d'hystérésis. Ces différents modules sont tous des indicateurs pertinents qui peuvent expliquer l'évolution de l'endommagement au cours de la fatigue. Ces trois types de modules vont faire l'objet d'étude à la suite de cette thèse.

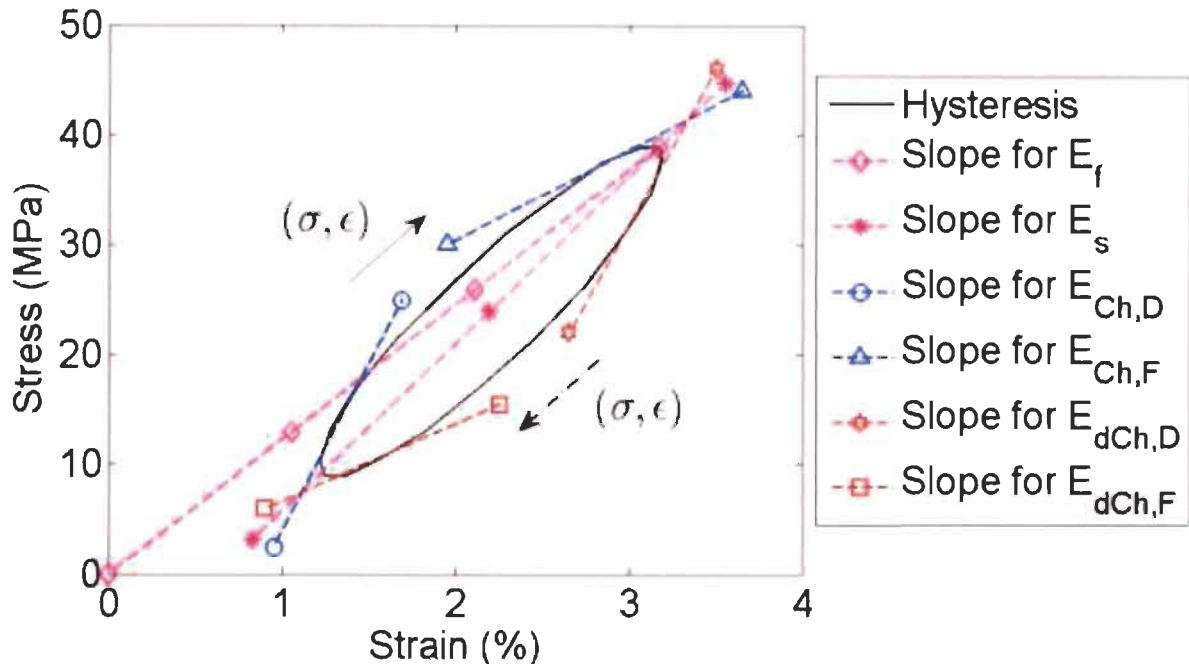


Figure II.3. Détermination des différents modules résiduels à travers la boucle hystérésis [43]

#### II.3.4.1. L'énergie dissipée

C'est l'aire définie dans la boucle hystérésis. Cette variable peut permettre de se renseigner sur l'état de santé du matériau. Le comportement cyclique d'un matériau peut donc être jugé en adoptant un point de vue énergétique. L'étude de l'évolution de l'endommagement se fait en analysant les différents régimes de dissipation au cours du chargement cyclique. Cette énergie augmente de plus en plus lors du chargement ce qui génère l'endommagement du matériau. Une hypothèse de relation entre la durée de vie en fatigue et l'énergie dissipée cumulée peut être alors émise [44]. Le lien entre l'endommagement et l'énergie dissipée selon certains auteurs reste encore mal compris. La difficulté de l'utilisation de l'énergie dissipée pour évaluer l'endommagement réside d'une part dans l'interprétation des variations de la dissipation mécanique et l'identification des précurseurs de l'endommagement en fatigue. La dissipation dans un matériau est provoquée en général par deux mécanismes qui sont la plasticité liée au comportement viscoplastique des composites et l'endommagement cyclique lié à la formation et la propagation des fissures. Certains auteurs par contre estiment que l'approche énergétique pourrait mener à des résultats plus cohérents que les autres paramètres usuels utilisés pour la fatigue [44, 45]. Lorsqu'on soumet un matériau à un chargement cyclique, celui-ci voit son énergie dissipée varier au cours de l'essai. Cette énergie est supposée augmentée au cours du chargement. On pourrait alors déterminer l'évolution de l'endommagement en traçant donc l'évolution de l'énergie dissipée en fonction du nombre de cycles. L'évolution de l'énergie en



fonction du nombre de cycles se fait généralement en 3 phases comme l'on observe dans le cas de l'évolution de la rigidité résiduelle. Lacroix [46] a dans un premier temps montré la pertinence de s'intéresser à un tel paramètre. Poisson [47] a prouvé qu'il pouvait être un très bon critère de durée de vie en fatigue des matériaux.

#### II.3.4.2. Les déformations caractéristiques

Les déformations sont aussi des variables importantes qu'on utilise comme indicateur d'endommagement en fatigue d'un matériau. Au cours d'un essai de fatigue, on assiste au déplacement des boucles hystérésis vers des déformations plus élevées. La cinétique de ces déformations (déformation moyenne, maximale et résiduelle) peut être liée à l'évolution de l'endommagement au sein du matériau. La déformation maximale est la déformation associée à la contrainte maximale de la boucle d'hystérésis. La déformation résiduelle se définit comme étant la déformation minimale du retour de la boucle. Et la déformation moyenne est la moyenne entre la déformation résiduelle et la déformation maximale.

#### II.3.5. Méthode indirecte de l'évaluation de l'endommagement par fatigue

À part les méthodes classiques se basant sur les paramètres mécaniques comme l'énergie dissipée les déformations permanentes, les modules et les contraintes résiduelles, d'autres méthodes peuvent être utilisées pour caractériser de façon indirecte l'endommagement en fatigue des composites. Ces méthodes sont appelées les méthodes non destructives, car elles n'interviennent pas directement dans l'endommagement du matériau. On peut citer entre autres la thermographie infrarouge et l'émission acoustique.

##### II.3.5.1. Émission acoustique (EA)

L'émission acoustique est une méthode d'enregistrement des événements de microdéplacements locaux au sein d'un matériau sous forme d'onde élastique. Durant le processus de fatigue, les événements liés à l'endommagement comme les microfissures pourraient donc être suivis en temps réels. Les capteurs piézoélectriques sont collés sur le matériau par l'entremise d'un agent couplant (graisse de silicone) qui permet de détecter les ondes mécaniques émises par le matériau au cours de la fatigue. Chaque mécanisme d'endommagement émet une onde mécanique qui lui est particulière. Ces ondes se propagent à travers le matériau et sont captées en surface par des transducteurs. Les ondes vont ensuite être transformées en signaux électriques et traités par un système d'acquisition. Toutes les informations recueillies sont traitées en termes d'événements acoustiques. Ces signaux sont amplifiés par un préamplificateur et sont ensuite convertis en

signaux numériques qui sont affichés en temps réel sur l'ordinateur. L'onde captée se présente sous forme d'une salve et est caractérisée par de nombreux paramètres comme l'amplitude maximale, la durée de la salve, le temps de montée, l'énergie du signal, le nombre de coups et les fréquences, etc. La difficulté de l'analyse des données de l'EA est d'associer les événements acoustiques enregistrés aux mécanismes d'endommagement qui lui sont dédiés. L'identification des mécanismes d'endommagement des matériaux composites se fait donc par différentes voies d'analyses : l'analyse spectrale et l'analyse multiparamétrique par des outils statistiques.

a) L'analyse spectrale

Elle permet d'associer une fréquence propre à un phénomène émissif. On peut donc associer des gammes de fréquences aux différents événements acoustiques liés à l'endommagement comme la fissuration de la matrice, la décohésion fibre/matrice ou la rupture des fibres. Pour ce faire, une somme de fonctions périodiques est donc transformée par la fonction de Fourier en somme de fonctions sinusoïdales grâce à l'équation 1.

$$F(\nu) = \int_{-\infty}^{+\infty} f(t).e^{-j2\pi\nu t} dt \quad (\text{éq. II.1})$$

Park et al. [48] ont pu classifier les mécanismes d'endommagement de rupture des fibres de verre et de la fissuration de la matrice époxy à partir de largeur des spectres des signaux.

b) L'analyse multiparamétrique

Elle consiste à étudier un ou plusieurs paramètres des salves appelés descripteurs afin d'identifier et de classifier les événements associés. On peut identifier à peu près 18 descripteurs pour un signal d'émission acoustique. L'amplitude, l'énergie, la durée du salve, le temps de montée, le nombre de coups, etc. en sont bien des exemples. La difficulté dans ce type d'analyse est de classifier chaque descripteur à un signal du fait qu'il peut exister une corrélation entre les descripteurs de différentes salves. Les événements sont donc classifiés en une population de plusieurs vecteurs dont les coordonnées ont les différents paramètres de la salve. Ces vecteurs sont souvent normalisés et ensuite ramenés à l'intervalle  $[-1 ; 1]$  pour faciliter la classification. Le rôle d'un classificateur doit être de déterminer parmi un ensemble fini de classes, l'appartenance d'un signal acoustique et d'identifier les frontières entre différents signaux. On peut distinguer deux grands groupes de méthode de classification : la méthode selon le mode supervisé et la méthode non supervisée.

Le mode supervisé classe les vecteurs en s'appuyant sur un apprentissage préalable. Il se base sur un jeu de données connues a priori à la suite d'une expérience par l'utilisateur pour construire le



modèle. On peut citer la méthode des k-plus, l'analyse de Fisher, LVQ (Learning vector quantization), le réseau de neurones en couche (Multi-layer perceptron).

La méthode non supervisée utilise plutôt une classification basée sur la structure propre des données. Elle réduit d'abord les données par l'emploi de certains algorithmes, ensuite fait une représentation graphique des classes. On peut citer comme méthode non supervisée, les réseaux de neurones, les k-moyennes [49] et l'analyse par composant principal (PCA) [50]. L'analyse par composant principal (PCA) permet de trouver une base de vecteurs propres non corrélés.

c) L'algorithme des k-moyennes

C'est un algorithme de la famille des algorithmes dit à « centre mobile ». Elle permet de minimiser la somme des carrés des distances entre tous les vecteurs d'une classe et son centre. La procédure se déroule en 7 étapes :

- 1) Choix du nombre k de classes ;
- 2) Choix d'une mesure de similarité par l'utilisation de la distance euclidienne pondérée entre deux vecteurs  $X_1$  et  $X_2$  (équation II.2) :

$$d^2(X_1, X_2) = \sum_{i=1}^n \lambda_i (X_1^i - X_2^i)^2 \quad (\text{éq. II.2})$$

Où  $\lambda_i$  représente le coefficient de pondération dû à l'influence de l'ième variable. On utilise généralement l'analyse par PCA pour trouver ces coefficients.

3) Initialisation des centres de classes de façon aléatoire ou en les définissant manuellement

- 4) Calcul de la distance séparant chaque vecteur au centre des k classes
- 5) Affectation des vecteurs d'entrée à un des k classes les plus proches soit par la recherche du minimum de la distance euclidienne,

$$X \in C_j \text{ si } |X - X_j| < |X - X_i| \quad \forall i \in [1, k], i \neq j$$

- 6) Calcul des nouveaux centres des classes à la fin de cette étape d'itération ;
- 7) Si les centres des classes sont stables, alors l'algorithme a convergé et la procédure est terminée, dans le cas contraire, on répète l'opération 4 à 7.

Après l'application de l'algorithme, d'autres expertises sont utilisées afin de dégager une signification physique des classes. La validation du choix du nombre de classes peut se faire en utilisant les critères DB de Davies et Bouldin [51] définis par l'équation II-3 .

$$DB = \frac{1}{k} \sum_{i=1, k} \max \left( \frac{\delta_i + \delta_j}{\delta_{ij}} \right) \quad \text{éq.II.3}$$

Avec  $\delta_i$  et  $\delta_j$  et  $\delta_{ij}$  les distances moyennes centres-signaux des classes  $i$  et des classes  $j$  et la distance moyenne entre les classes  $i$  et  $j$  respectivement. Plus DB est faible, plus il y a une bonne répartition des données. L'idée de l'algorithme pour le choix des classes est donc de minimiser la valeur de DB.

#### d) Portrait des revues sur l'évaluation par l'émission acoustique des CFN

On retrouve dans la littérature plusieurs travaux qui ont utilisé la technique d'EA pour identifier les mécanismes d'endommagement dans les composites au cours des essais mécaniques. On peut citer les travaux d'Aggelis et al. [52] et de Roberts et al. [53] qui ont pu faire une corrélation entre la vitesse de propagation de fissure en fatigue et les paramètres de signaux enregistrés par l'émission acoustique. Kim et al. [54] ont pu identifier le mode de rupture via les signaux. Kordatos et al. [55] ont quant à eux réussi à identifier grâce à des données de l'émission acoustique la limite d'endurance d'un composite à matrice céramique. Romhány et al. [56] a pu identifier trois sortes d'événements acoustiques (décohésion fibre/matrice, défibrillation, rupture des fibres) lors d'un essai de traction sur un thermoplastique d'amidon renforcé par du lin. Czigány [57] a utilisé l'analyse multiparamétrique pour identifier les mécanismes au sein du polypropylène renforcé par les fibres de balsa. Scida et al. [14] ont utilisé l'EA pour identifier l'influence du vieillissement hydrothermal sur les propriétés mécaniques en traction du lin/époxy. Les signaux obtenus en fatigue par l'EA pour les CFN peuvent être difficiles à interpréter. Ces signaux peuvent contenir un nombre important de chevauchements liés aux propriétés différentes des constituants du composite, à la vitesse de propagation anisotrope des ondes dans le matériau, à la friction interne. De plus, il faut ajouter l'atténuation et la réflexion des signaux qui complexifie l'analyse des signaux. De Rosa et al. [58] dans sa revue sur l'émission acoustique des fibres naturelles a exposé la problématique de la classification des mécanismes et montre la différence des résultats obtenus par plusieurs auteurs. Monti et al. [59] a constaté que la méthode spectrale basée sur l'analyse de l'amplitude reste la classification la plus souvent utilisée dans la littérature malgré la complexité de l'analyse des signaux acoustiques des CFN. Ils ont aussi répertorié les différents modes d'endommagement observé pour les CFN ainsi leur caractéristique acoustique (Table II.5). Dans la suite dans ce travail, la méthode de filtrage et d'analyse des

multiparamétriques vont permettre de caractériser de façon non triviale les dommages cumulés et les mécanismes liés à ces dommages.

*Table.II.5. AE characteristics of the main damage mechanisms in eco composites according to the literature [59]*

<b>Failure mechanism</b>	<b>Material</b>	<b>Characteristics</b>
Matrix cracking	Flax/LPET	Amplitude [40–50] dB
	Birch/Polyethylene	Amplitude [35–45] dB, duration [1–80] ms
	PP/Hemp and Chenovene	Amplitude [40–60] dB
	Flax/Epoxy	Amplitude [42–60] dB
Matrix-Matrix friction	Flax/LPET	Amplitude [40–55] dB, duration [20–120] ms
Fibre-matrix debonding	Flax/LPET	Amplitude [45–60] dB
	Flax/LPET	Amplitude [45–60] dB, duration [50–200] ms
	PP/Hemp and Chenovene	Amplitude [60–65] dB
	Flax/Epoxy	Amplitude [60–70] dB
Fibre-matrix friction	Flax/LPET	Amplitude [55–85] dB, duration [100–600] ms
Fibre pull-out	Flax/LPET	Amplitude [60–80] dB
Fibre cracking	Flax fibre bundle	Amplitude [35–60] dB
Fibre breakage	Flax fibre bundle	Amplitude > 60 dB
	Flax/LPET	Amplitude [80–96] dB
	PP/Hemp and Chenovene	Amplitude [85–95] dB
	Flax/Epoxy	Amplitude [70–100] dB

### II.3.5.2. La thermographie infrarouge

La thermographie infrarouge (TIR) est une technique utilisée pour obtenir des images de la répartition de température ou la dissipation de l'énergie thermique en surface d'un corps. Un matériau soumis à la fatigue voit une partie de son énergie nécessaire à la propagation de l'endommagement transformée en énergie calorifique. Cette énergie est captée par un détecteur de température issue du rayonnement émis par le matériau durant le processus de la fatigue. Cela

permet de faire un suivi de l'endommagement d'un matériau ou de localiser des zones endommagées.

Le principe de l'autocorrélation entre la température et les contraintes est basé sur les lois de la thermodynamique classique. L'équation qui relie la température et la contrainte de Cauchy. Plusieurs chercheurs (Luong [60]; La Rosa et Risitano [61]; Liaw et al. [62], Curà et al. [63]; etc.) ont mis au point des techniques d'observation des effets thermiques permettant d'estimer la limite d'endurance des métaux soumis à la fatigue. Ils observent lors des tests de fatigue une élévation de la température du matériau qui finit par se stabiliser. Et qu'au-delà d'un certain cycle donné, l'évolution de la température devient brutale. Cette zone de transition de la température correspond à la limite d'endurance. Cette corrélation entre la limite d'endurance et l'autoéchauffement brutal a été faite par Moore et Kommers (1921) [64]. Par cette méthode, plusieurs auteurs ont réussi à reconstruire la courbe d'isoprobabilité S-N de Wöhler. L'avantage de cette méthode est qu'on a la possibilité d'utiliser juste une seule éprouvette pour déterminer une courbe d'isoprobabilité S-N de Wöhler. Ce qui réduit énormément le temps dédié aux essais. Dans le domaine des composites, on observe une émergence récente de l'utilisation de la TIR pour étudier leur comportement en fatigue [65-68]. Montesano et al. [69] lors d'un test de fatigue sur des composites polymères renforcés avec les fibres de carbone ont comparé les courbes d'évolution de la densité de fissures obtenue par des images MEB avec l'évolution de la température à la surface du matériau. Ils ont observé une similarité entre ces deux courbes. Pour eux, la TIR est un outil puissant qui permet de suivre avec précision la progression de la fissure des composites en général, surtout pour des composites polymériques tissés. R.K. Fruehmann et al. [66] avec Goidescu et al. [68] ont aussi montré dans leur article le potentiel de la TIR de suivre l'évolution de l'endommagement des composites laminés. D'autres auteurs ont utilisé TIR pour suivre l'évolution des différents modes d'endommagement [34, 70] ou d'un mécanisme d'endommagement [69]. Des travaux récents sur la mesure de l'évolution de température par thermographie infrarouge en dynamique sur les composites à fibre de lin [71, 72] ont montré la capacité de cette technique à évaluer l'endommagement dans ce matériau.

Dans ce travail, la TIR va être couplée avec les essais de fatigue afin de faire une étude quantitative de l'évolution de l'endommagement par la mesure de la variation de température pendant les essais.

Une analyse des indicateurs mécaniques couramment utilisés couplée avec les caractérisations par méthode non destructives va permettre de trouver une corrélation entre l'évolution de l'endommagement et les mécanismes d'endommagement mis en jeu.

### *II.3.6. Lois de cumul d'endommagement par fatigue*

La compréhension de l'évolution de l'endommagement et la mise en place d'un modèle de fatigue nécessitent la connaissance des paramètres intrinsèques (propriétés mécaniques quasi statiques et cycliques, dimensions des échantillons, etc.) et extrinsèques (type de chargement, conditions environnementales, etc.) du matériau en utilisant des procédures de caractérisations appropriées. La modélisation de l'endommagement par la fatigue comprend généralement deux grandes étapes : la première consiste à étudier les mécanismes d'endommagement en fatigue par des observations expérimentales des variables intervenantes dans l'endommagement à la fatigue. La deuxième étape consiste à proposer une équation qui permettra de modéliser le comportement du matériau endommagé en fonction de ces variables. La loi de cumul est définie par une fonction de dommage noté ***D***. Elle permet de décrire l'accumulation de dommage par fatigue dans un matériau. Beaucoup de modèles ont été développés par des chercheurs sur plusieurs matériaux avec l'utilisation de différentes approches. On pourrait classer ces approches en 4 grandes parties pour le cas spécifique des composites.

- L'approche empirique qui repose sur les résultats expérimentaux obtenus lors de la sollicitation.
- L'approche phénoménologique est basée sur l'observation et sur la mesure avec une grande précision certains paramètres tels que la longueur des fissures, des événements acoustiques, etc.
- L'approche analytique quant à elle est basée sur la mécanique des solides. Ces lois s'appuient sur des critères tels que l'énergie de dissipation, sur la résistance.
- L'approche conceptuelle est à mi-chemin entre l'approche phénoménologique et l'analytique. Elle utilise des notions de déformation ou de contrainte résiduelle pour expliquer le dommage dans le matériau.

La mise en place d'un modèle passe préalablement par l'identification de la (ou des) variable(s) macroscopique(s) associée(s) au dommage *D* après une analyse minutieuse des résultats expérimentaux. Ces lois se basent sur certaines caractéristiques propres comme la prise en compte de niveau de charge, le caractère linéaire ou non linéaire du dommage, etc. Les modèles les plus couramment utilisés pour le cas des composites ont été présentés par Hwang et al. [73],

de Palmgren-Miner [74]. Il existe d'autres modèles comme le modèle de Van Paepegem et Degrick [75], le modèle dérivé [76]. Plus d'une cinquantaine de modèles sont utilisés pour expliquer la variable d'endommagement pour les cas des composites.

La figure II.4 [77] illustre l'allure générale des courbes de l'évolution du dommage d'un laminé [0/90] de composite lors d'un essai fatigue. On peut observer les différents mécanismes d'endommagement à différentes étapes de l'évolution du dommage. Les mécanismes d'endommagement en fatigue restent généralement de la même nature que ceux observés en statique.

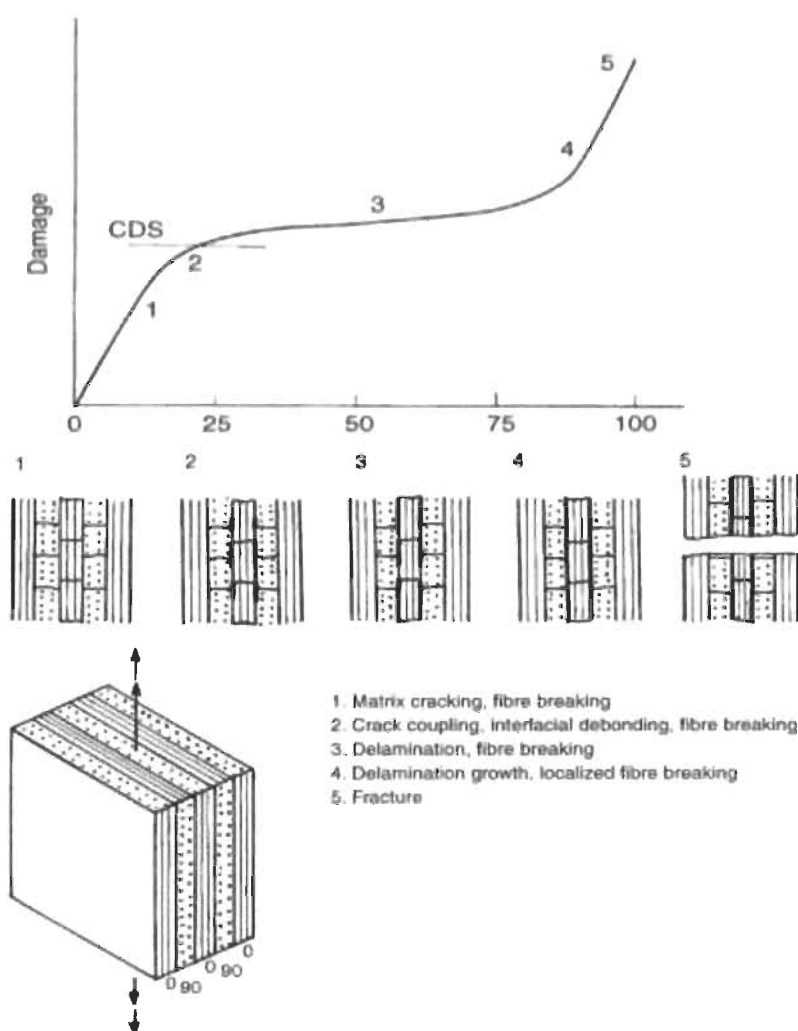


Figure II.4. Mécanismes d'endommagement par la fatigue des composites laminés et évolution du dommage et de la contrainte résiduelle durant la durée de vie en fatigue [77]

### II.3.7. Portrait des études sur la fatigue des composites à fibres naturelles

La plupart des études en fatigue qui ont été faites dès lors sur les CFN se limitent surtout à l'étude de leur durabilité à travers la modélisation de la courbe S-N de Wöhler. Parmi les études



en fatigue des CFN, on peut citer les travaux d'Ahmed Fotouh et al. [78] qui ont modélisé la courbe S-N du polyéthylène à haute densité (PEHD) renforcé par fibres courtes de chanvre en utilisant une méthode semi-empirique S-N. Ils ont défini dans le modèle S-N, une nouvelle contrainte normalisée. Cette nouvelle contrainte leur a permis de modéliser les courbes S-N des échantillons avec de différentes fractions volumiques des fibres et des essais avec différents rapports de charge et à des conditions environnementales. Ils ont aussi observé que l'augmentation du taux de fibres de 20 à 40% engendre peu de variation au niveau de la durabilité en fatigue. Belaadi et al. [79] ont étudié l'endurance des fibres de Sisal en utilisant la méthode empirique S-N et ont constaté que celle-ci modélise bien la courbe de fatigue des fibres de sisal. Yang et al. [80] ont quant à eux modélisé l'endurance en fatigue en mode flexion de HDPE/fibres de bois en utilisant la distribution statistique de Weibull. Shah et al. [81] ont aussi comparé le comportement en fatigue S-N de différents CFN unidirectionnels à fibres de jute, de lin et de chanvre. Ils ont observé que le comportement en fatigue de la courbe S-N de ces trois CFN est presque similaire. Pour ces auteurs, la similarité de l'évolution de la courbe S-N de ces deux types de composites est liée à la structure identique des fibres naturelles. Ils ont aussi observé que la variation des fractions volumiques et de l'orientation des fibres a peu d'impact sur la pente de la courbe S-N. Ils comparent ensuite les courbes S-N de Wöhler de ces CFN avec celle du composite unidirectionnel verre/époxy. Ils observent que les composites à fibres de verre bien qu'ils aient une meilleure résistance à la fatigue ont une vitesse d'endommagement en fatigue plus importante que celle des CFN. Ils expliquent ce comportement par le fait que les microfibrilles de celluloses dans les CFN se réorganisent durant le processus ce qui ralentit le processus d'endommagement et aussi par le fait que la rugosité de la surface des fibres leur permette de transférer facilement des contraintes et des déformations à la matrice. Liang et al. [82] comparent aussi le comportement en fatigue du lin/époxy avec le verre/époxy. Ils ont observé que la pente de décroissance de la courbe S-N de fatigue du composite lin/époxy (7Mpa/décade avec une contrainte à la rupture de 79Mpa) est moins importante que celle du verre/époxy (21Mpa/décade avec une contrainte à la rupture de 103Mpa). Durant leur durée de vie, la perte rigidité du lin/époxy est moins importante à celle du verre/époxy (15 à 20% de différence). Ils ont aussi étudié, l'évolution en fatigue de certaines variables mécaniques qui peuvent expliquer l'endommagement en fatigue en utilisant plusieurs orientations de fibres ( $[0]_{12}$ ,  $[0/90]_6$ ,  $[\pm 45]_{3s}$ ). Ils ont constaté que les déformations permanentes et le module de fatigue sont les deux variables capables d'expliquer l'endommagement au sein des CFN surtout du lin/époxy

à cause de la compétition entre l'endommagement par fatigue et le renforcement du matériau dû à un réalignement des fibres lors de la fatigue.

#### **II.4. Conclusion**

De cette revue de littérature non exhaustive, il en ressort que les composites à fibres naturelles, en particulier ceux faits en fibres de lins, présentent des caractéristiques mécaniques assez intéressantes pour des applications en mécanique de structure. Des avancées extraordinaires ont été faites dans l'optimisation des différents procédés de fabrication ; ceci a permis d'améliorer encore plus leurs propriétés mécaniques. On remarque par contre une forte sensibilité des CFN au vieillissement environnemental si l'on compare aux composites à fibres synthétiques. Le vieillissement à l'eau altère l'interface fibre/matrice ce qui engendre une dégradation de leurs propriétés mécaniques et thermiques. Des efforts ont été faits à travers plusieurs recherches pour améliorer l'interface fibre/matrice. Les différentes études réalisées dans la fabrication des CFN et dans l'amélioration de leurs propriétés statiques constituent d'ailleurs des bases de données essentielles pour l'étude de leur comportement à long terme comme la fatigue ou le vieillissement reste marginal.

Des efforts restent à faire au niveau de l'étude de leur comportement à long terme, notamment dans le cas du vieillissement environnemental et de la fatigue. Plusieurs raisons peuvent expliquer ce manque d'intérêt pour les études du comportement à long terme des CFN. On note d'abord la complexité au niveau de la définition des paramètres d'étude et dans l'analyse des données. Pour le vieillissement environnemental, par exemple, on ne connaît pas l'effet de la température seul sur le comportement spontané des CFN. Le peu d'études qui se sont penchées sur le cas de la fatigue des CFN démontre que ceux-ci présentent une bonne tenue en fatigue. Certaines configurations de lin/époxy par exemple ont une performance en fatigue comparable à celle de certains composites renforcés avec des fibres de verre. Malgré ces caractéristiques en fatigue assez intéressantes, il existe toutefois des zones grises à élucider au niveau de l'endommagement en fatigue des CFN surtout au niveau de la définition d'un critère d'endommagement et de l'évolution des mécanismes d'endommagement lors de la fatigue.

De plus, à notre connaissance il n'existe pas d'étude qui s'est penchée de façon concrète sur l'influence du vieillissement environnemental sur leur comportement en fatigue. Dans la suite de ce travail, on élaborera les différentes méthodes qui permettront d'évaluer le comportement à long terme en fatigue et par vieillissement hydrothermal.



### **III. CHAPITRE III : FABRICATION ET PROPRIÉTÉS PHYSIQUES DES ÉCHANTILLONS**

### III.1. Introduction

Ce chapitre expose le choix et les démarches expérimentales utilisées pour caractériser un CFN dans notre étude. On décrit aussi le procédé de fabrication utilisé et la caractérisation des propriétés physiques de ce CFN. L'évaluation des propriétés physiques a permis d'avoir une idée de l'état de santé de notre matériau surtout au niveau de la répétabilité de la fabrication des échantillons.

### III.2. Description du matériau et fabrication des éprouvettes

#### III.2.1. Matériau choisi

Au niveau des propriétés mécaniques des fibres naturelles, les fibres de lin semblent avoir des propriétés assez intéressantes pour concurrencer plus les fibres de verre parmi le lot des fibres naturelles sur le marché. Yan et al [83] ont répertorié une revue des propriétés mécaniques de différents types de fibres naturelles (Table III.1).

Table III.1. Propriétés mécaniques des fibres de verre et des fibres naturelles [83]

Fibre type	Diameter (μm)	Relative density (g/cm <sup>3</sup> )	Tensile strength (MPa)	Elastic modulus (GPa)	Specific modulus (GPa.cm <sup>3</sup> /g)	Elongation at failure (%)
E-verre	<17	2,5–2,6	2000–3500	70–76	29	1,8–4,8
Abaca	–	1,5	400–980	6,2–20	9	1,0–10
Alfa	–	0,89	35	22	25	5,8
Bagasse	10–34	1,25	222–290	17–27,1	18	1,1
Bambou	25–40	0,6–1,1	140–800	11–32	25	2,5–3,7
Banane	12–30	1,35	500	12	9	1,5–9
Coco	10–460	1,15–1,46	95–230	2,8–6	4	15–51,4
Cotton	10–45	1,5–1,6	287–800	5,5–12,6	6	3–10
Curaua	7–10	1,4	87–1150	11,8–96	39	1,3–4,9
<b>Lin</b>	<b>12–600</b>	<b>1,4–1,5</b>	<b>343–2000</b>	<b>27,6–103</b>	<b>45</b>	<b>1,2–3,3</b>
Chanvre	25–600	1,4–1,5	270–900	23,5–90	40	1–3,5
Sisal Blanc	–	1,2	430–570	10,1–16,3	11	3,7–5,9
Isora	–	1,2–1,3	500–600	–	–	5–6
Jute	20–200	1,3–1,49	320–800	30	30	1–1,8
Kenaf	–	1,4	223–930	14,5–53	24	1,5–2,7
Ortie	–	–	650	38	–	1,7
Palmier	–	0,7–1,55	150–500	80–248	0,5–3,2	17–25
Piassava	–	1,4	134–143	1,07–4,59	2	7,8–21,9
PALF	20–80	0,8–1,6	180–1627	1,44–82,5	35	1,6–14,5
Ramie	20–80	1,0–1,55	400–1000	24,5–128	60	1,2–4,0
Sisal	8–200	1,33–1,5	363–700	9,0–38	17	2,0–7,0

Les fibres de lin sont parmi les fibres qui présentent des propriétés mécaniques assez élevées par rapport à d'autres fibres et elles sont les plus couramment étudiées dans la littérature. De plus, le prix unitaire en dollars US par Kg et par propriétés mécaniques montre que des fibres du lin ont le plus bas prix par rapport à celle des fibres de verre (Figure III.1) sur le marché mondial. Si l'on prend en considération le contexte géopolitique mondial actuel, le Canada est le premier producteur mondial de culture de plants de lin. Ce lin est surtout cultivé pour ses graines, mais le domaine de la production de fibres à partir du lin est en émergence. Les applications faites à base de ces fibres de lin pour la fabrication des pièces seraient donc un atout indéniable contribuant à l'essor de l'économie canadienne. À partir de ces différentes raisons, le choix de notre étude sur les CFN s'est orienté plus vers les fibres de lin qui se présentent comme un concurrent potentiel des fibres de verre.

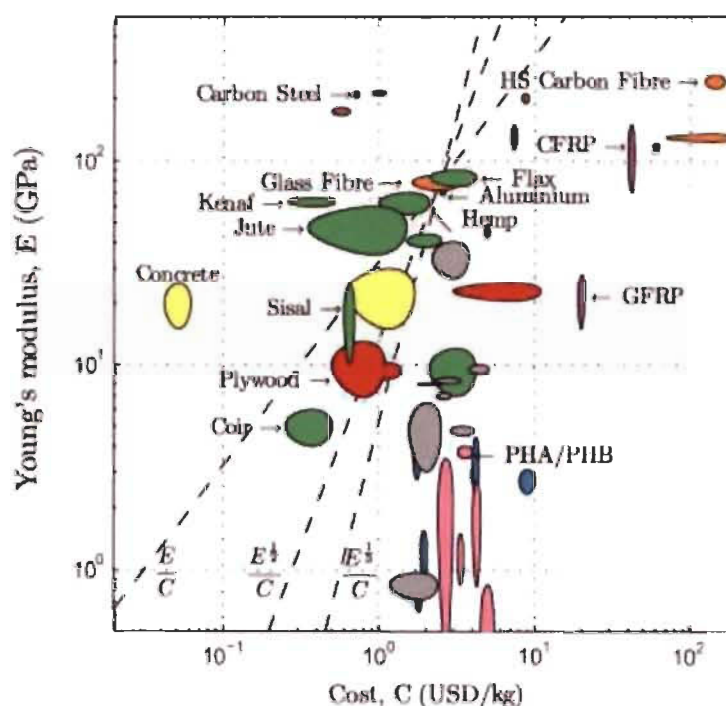


Figure III.1. Mécanismes d'endommagement par la fatigue des composites laminés et évolution du dommage et de la contrainte résiduelle durant la durée de vie en fatigue [84]

Afin de réduire l'influence des paramètres liés à un alignement homogène des fibres et au choix de la matrice qui peuvent jouer un rôle sur la variabilité des résultats, on a opté d'utiliser des préimprégnés unidirectionnels de la société LINEO NV [85] appelée « prepreg » (Figure III.2) afin de fabriquer nos différentes séries de plaques lin/époxy. Ces « prepreg » sont très utilisés dans de nombreuses applications sur le marché mondial fabriqué des composites [86]. L'utilisation des « prepreg » permet de minimiser la variabilité liée à l'alignement des fibres et à l'imprégnation des fibres dans la matrice. Le seul inconvénient des « prepreg », c'est qu'ils ont

une durée de vie limitée. Les stratifiés ont donc été fabriqués à partir du pré imprégné unidirectionnel Flaxtape 110 dont les caractéristiques et les propriétés ce « prepreg » sont décrites par la Table III.2.

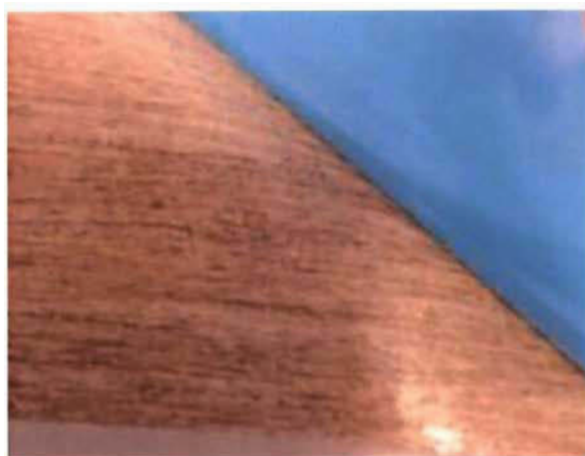


Figure III.2. Préimprégné de lin/époxy unidirectionnel Flaxtape 110

Table III.2. Caractéristique du préimprégné. lin/époxy [86]

Fibre: FLAXTAPE © 110	Taux volumique de fibre	50%
	Par masse	110g de fibre/m <sup>2</sup>
<b>Traction</b> <b>Iso-527-5</b>	Module de Young	33 GPa
	Contrainte à la rupture	275 MPa
	Déformation à la rupture	1, 22 %
<b>Flexion</b> <b>Iso-14-125</b>	Module de Young	23 GPa
	Contrainte à la rupture	210 MPa
	Déformation à la rupture	2,1%
<b>Densité du composite</b> $\rho_c$ (g/cm <sup>3</sup> )	1,13	

### III.2.2. Fabrication

Un découpage et un empilement manuel des plis unidirectionnels ont été effectués suivant plusieurs séquences d'empilement. Les séquences d'empilement des couches décrivent l'orientation des fibres par rapport à l'axe longitudinal désigné par la direction  $0^\circ$ . Quatre types de séquences d'empilement ont été effectués suivant l'axe : longitudinale  $[0]_{12}$ , dénommée FE0, suivant l'axe transversale et horizontale fibres des  $[0/90]_{3s}$ , dénommée FE90, en biais  $[\pm 45]_{3s}$  dénommées FE45, et quasi-isotropes  $[0_2 / 90_2 / \pm 45]_s$ , dénommée FEH. Chaque stratifié compte douze plis élémentaires. Les stratifiés  $[\pm 45]_{3s}$  et  $[0/90]_{3s}$  et  $[0_2 / 90_2 / \pm 45]_s$  correspondent à l'empilement de 6 doubles-couches. L'étude de ces 4 groupes de stratifiés est faite dans le but de choisir le drapage optimisé permettant de résister aux sollicitations extérieures.

La polymérisation des différentes plaques ( $250 \times 250 \text{ mm}^2$ ) s'est faite par thermocompression. Le processus de thermocompression a permis de mettre en forme un matériau plan, sous l'action combinée de la chaleur et de la pression. Une presse hydraulique chauffante et un moule de plaque en acier rigide ont été utilisés en appliquant une pression de 15 bars maintenue constante pendant la cuisson de 15min à  $165^\circ\text{C}$ . Ces paramètres choisis pour la fabrication des plaques de lin/époxy ont été basés sur les travaux de Soufian et al. [87]. La pièce est comprimée entre un moule et un contre-moule par l'intermédiaire d'une presse. Après cuisson les plaques ont été ensuite refroidies à l'air ambiant puis à l'eau avant d'être ensuite démoulées. L'évolution des paramètres de cuisson a été décrite à la Figure III.3a.

Le prélèvement des éprouvettes à partir des plaques a été effectué à partir de la découpe à l'aide d'une scie à diamant refroidie à l'eau afin de ne pas brûler les fibres (Figure III.3.b). Les dimensions géométriques de découpe respectent la norme ASTM D3039 c'est-à-dire  $250 \times 25 \text{ mm}^2$ . Un sablage léger a permis d'uniformiser les parois des échantillons. Le dépoussiérage des échantillons a été effectué à l'air comprimé afin d'augmenter la précision de pesée. L'évolution du cycle de polymérisation de la plaque, la machine de thermocompression utilisée ainsi que les étapes de découpages sont représentées par la Figure III.3. Les échantillons ont été séchés dans un four pendant 72h à  $50^\circ\text{C}$  pour enlever l'eau absorbée au cours du découpage conformément à la norme ASTM D 570. Les éprouvettes ont été ensuite pesées à l'aide d'une balance à précision munie d'un fermoir. Les dimensions des éprouvettes ont été mesurées au centième de millimètre près à l'aide d'un pied à coulisse. Le rapport entre la mesure de la masse et des dimensions permet de déterminer la densité volumique du composite. Le taux volumique des fibres a été déterminé en utilisant l'équation III.1 de la norme ASTM D 3171-99

où  $N$  représente le nombre de plis,  $V_f$  la fraction volumique des fibres du composite,  $t$  l'épaisseur de l'éprouvette,  $\rho_f$  la densité des fibres,  $m_s$  la masse surfacique du lin.

$$V_f = \frac{N \times M_s}{\rho_f \times t} \quad (\text{éq. III.1})$$

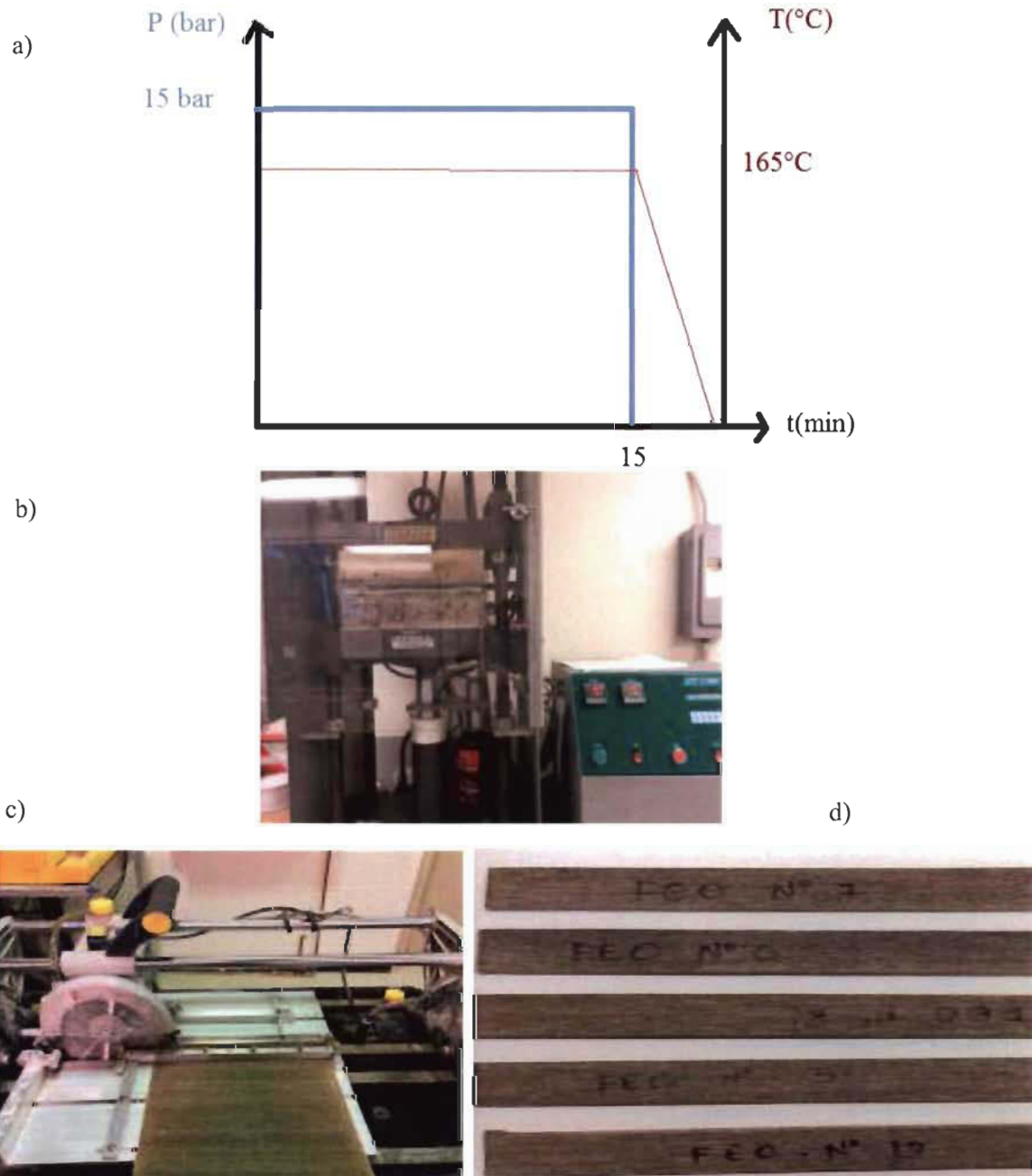


Figure III.3. Méthode de fabrication des éprouvettes lin/époxy : cycle de cuisson (a), thermocompression (b), découpage (c), éprouvettes (d).



### III.3. Résultats des propriétés physiques des échantillons

Les dimensions et la masse des différentes éprouvettes ont été mesurées respectivement avec un pied à coulisse et une balance à précision après leur usinage. La mesure des dimensions a permis de vérifier si les échantillons usinés respectaient bien les dimensions de la norme ASTM D3035. La Figure III.4 montre une série d'échantillons standards utilisés pour réaliser les tests. Les échantillons présentent tous une forme rectangulaire et un fini de surface lisse.

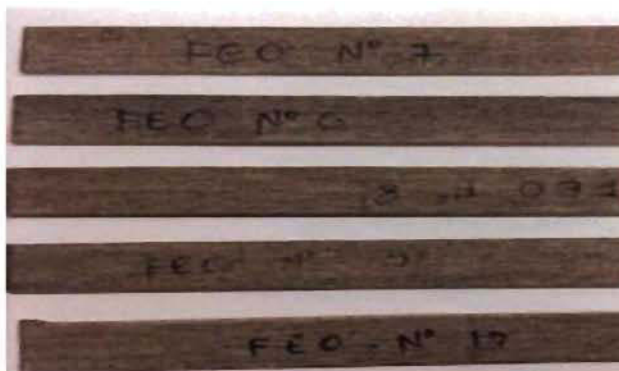


Figure III.4. Échantillons de dimensions normalisées selon ASTM D3039

La Table III.2 présente les propriétés physiques des quatre types de séquences d'empilement de stratifiés de lin/époxy avec leur écart-type en parenthèse. Le taux volumique de fibres ( $V_f$ ) de chaque stratifié a été déterminé en utilisant la méthode standard ASTM D 3171-99. Ce taux volumique de fibres excède la valeur de 50% qu'avait précédemment le pré imprégné. La densité volumique des CFN est supérieure à celle de la configuration  $[0]_{12}$  de LINÉO et se rapproche plus de la densité des fibres qui est de  $1,45\text{g/cm}^3$ .

Table III.3. Propriétés physiques des types d'éprouvettes lin/époxy avec l'écart-type en parenthèse

Stratification	Notation	Nombre d'éprouvettes	$t$ (mm)	$\rho_c$ (kg/m <sup>3</sup> )	$V_f$ (%)
$[0]_{12}$	FEO	20	1,47 (0,12)	1,15 (0,09)	62,13 (2,12)
$[0/90]_{3s}$	FE90	20	1,50 (0,04)	1,20 (0,03)	60,87 (1,07)
$[\pm 45]_{3s}$	FE45	10	1,54 (0,06)	1,18 (0,02)	59,42 (1,89)
$[0_2/90_2/\pm 45]_s$	FEH	60	1,50 (0,1)	1,22 (0,03)	61,86 (2,45)

La non-étanchéité du moule et la forte pression exercée à la fabrication permettent la diffusion équitable de la résine à travers les fibres, mais aussi la fuite de la résine aux abords des moules. Le choix judicieux des paramètres du procédé de thermocompression (pression, température et temps) a permis d'obtenir des échantillons de mêmes ordres de grandeur d'épaisseur, de valeurs



du taux de fibres presque semblables, de densité volumique similaire avec un faible écart-type. La faible variabilité des propriétés physiques de deux plaques différentes montre une homogénéisation de la diffusion de résine à travers les fibres et une uniformité de la pression exercée sur tout point de la plaque par la presse malgré la fuite de résine aux abords des plaques. On peut conclure que malgré la problématique liée à la fuite de résine lors du procédé de thermocompression, les paramètres de fabrications qu'on a choisis ont permis d'obtenir des plaques reproductibles possédant des propriétés physiques presque identiques. Les éprouvettes fabriquées à partir de ces plaques qui ont une faible variabilité peuvent donc être aisément utilisées dans la suite de nos travaux pour les tests mécaniques et de vieillissement.

### **III.4. Conclusion**

Ce chapitre a permis d'élaborer les démarches pour le choix du stratifié lin/époxy comme matériau CFN à étudier dans le cadre de cette étude. Ce choix a été surtout basé sur les caractéristiques assez intéressantes que présente le lin du point de vue mécanique et de l'environnement géopolitique. Le choix d'utilisation d'un préimprégné qui a été fait dans cette étude permet de minimiser le risque de variabilité lié à l'alignement des fibres. Les paramètres choisis lors de la fabrication par thermocompression ont permis d'avoir des plaques de stratifiés reproductibles qui feront objet de notre étude. L'évaluation des propriétés physiques de ce composite fabriqué par la méthode de thermocompression montre une bonne répétabilité dans la fabrication des plaques. Les résultats montrent un taux volumique de fibres important dans ce matériau avec une densité volumique proche de la valeur théorique. Le découpage avec la scie à diamant refroidie à l'eau a permis d'avoir des éprouvettes normalisées suivant la norme ASTM D3039. Ces éprouvettes vont être utilisées dans la suite de ce travail où des tests quasi statiques vont être effectués sur les différents stratifiés afin d'évaluer le comportement mécanique.

## **IV. CHAPITRE IV : ÉTUDES QUASI- STATIQUES**

#### IV.1. Introduction

Dans le chapitre précédent, les propriétés physiques des 4 stratifiés de lin/époxy FE0, FE45, FEH, FE90 ont été déterminées. Les résultats démontrent une faible variabilité de leurs propriétés physiques. Ces résultats ont donc permis de valider les échantillons pour l'étude de leur comportement mécanique spontané (études quasi statiques) traité dans ce chapitre. Les mécanismes engendrant leur endommagement en traction seront aussi abordés. Les données collectées dans ce chapitre vont être utilisées par la suite afin d'établir un programme expérimental pour les tests de fatigue. Ces données pourront aussi être utilisées pour l'analyse du comportement à long terme par fatigue et par vieillissement des éprouvettes quasi isotrope du lin/époxy (nommé FEH). La Figure IV.1 résume l'approche expérimentale abordée dans ce chapitre pour l'étude du comportement mécanique spontané du lin/époxy.

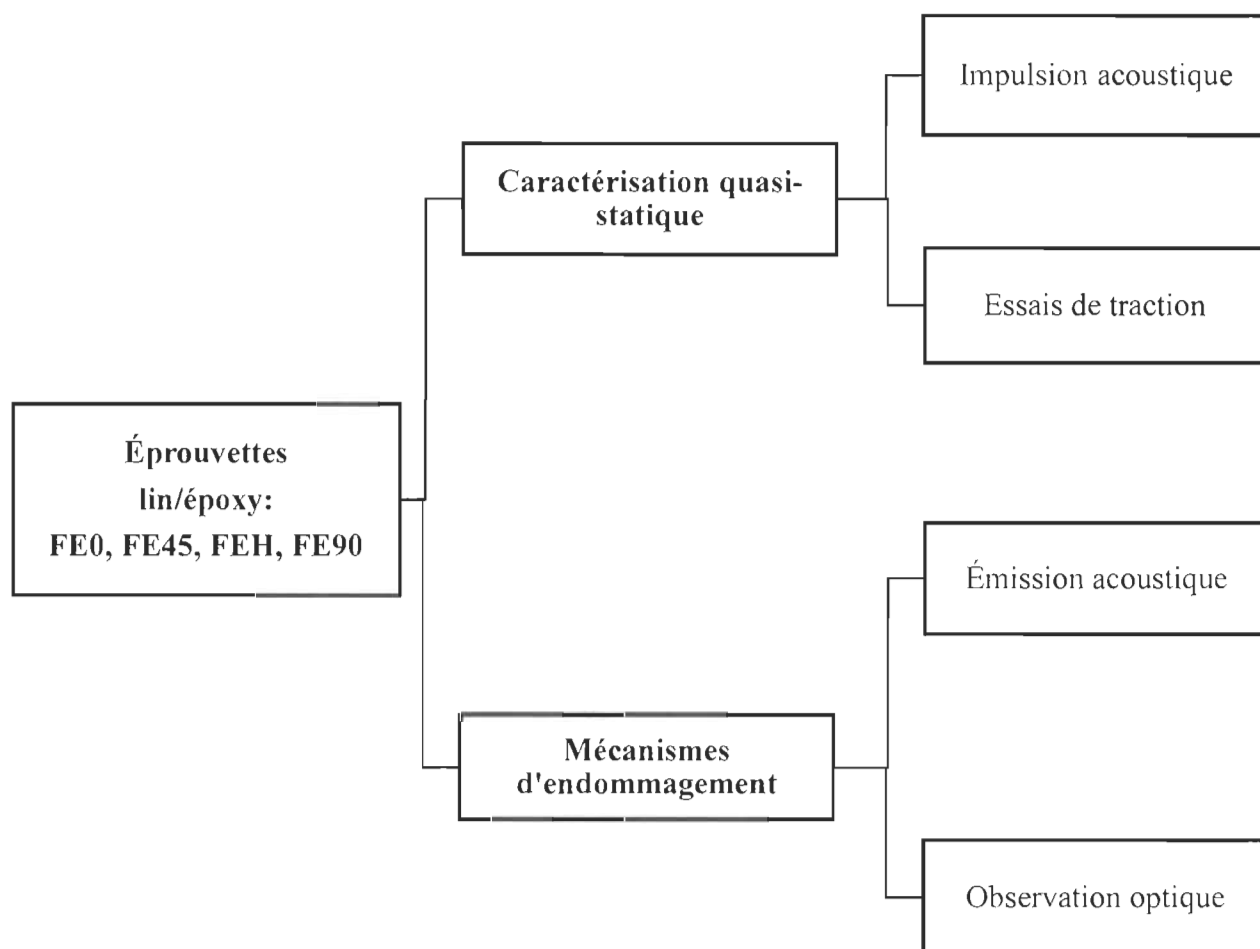


Figure.IV.1 Pan de travail des essais et analyses effectués dans le chapitre IV

## IV.2. Dispositifs des essais mécaniques

Deux dispositifs ont été utilisés pour évaluer les propriétés mécaniques statiques des échantillons. Il s'agit de l'impulsion acoustique, qui est une mesure non destructive, et les essais de traction couplés avec l'émission acoustique (EA). La Table IV.1 résume le plan d'expérience des essais mécaniques spontanés sur les échantillons de lin/époxy. Cinq éprouvettes ont été choisies pour chaque stratifié pour subir des essais mécaniques.

Table IV.1. Plan d'expérience de l'étude du comportement mécanique spontané du lin/époxy

	Impulsion acoustique		Traction	
Échantillon	Nombre d'éprouvettes	EA	Nombre d'éprouvettes	EA
FE0	5	Non	5	Oui
FE90	5	Non	5	Oui
FE45	5	Non	5	Oui
FEH	5	Non	5	Oui

### IV.2.1. Impulsion acoustique

Des tests non destructifs d'impulsion acoustique ont été effectués sur tous les échantillons en vue d'évaluer leur module dynamique. Le banc d'essai de ce test est représenté sur la Figure IV.2. Cinq éprouvettes ont donc été prélevées dans chaque lot de stratifié et ont été testées par cette méthode non destructive d'impulsion acoustique en mode flexion. Ce test consiste à soumettre l'échantillon à un impact élastique. L'impact élastique génère au sein du matériau des vibrations des atomes à une certaine fréquence. Les ondes acoustiques émises par l'échantillon sont recueillies par un microphone et transmises à un logiciel de traitement de fréquences. Ce logiciel du nom de « Resonance frequency and damping analyzer » (RFDA) traite le signal pour identifier la fréquence de résonance et le coefficient de frottement interne de l'échantillon. La fréquence de résonance est directement liée au module élastique, à la masse de l'échantillon et à sa dimension par l'équation IV.1. Ce calcul de module est basé sur la norme acoustique ASTM E 1259.

$$E = 0,9465 \times \left( \frac{m \cdot f_f^2}{l} \right) \times \left( \frac{L^3}{t^3} \right) \times T_1 \quad (\text{éq. IV.1})$$

Avec  $m$  étant la masse de l'échantillon,  $l$  la largeur,  $L$  la longueur,  $t$  l'épaisseur.  $f_f$  la fréquence fondamentale,  $T$  le facteur de correction qui équivaut pour notre étude à  $T = [1 + 6.585(t/L)^2]$ . Dans ce type de test, une importance est particulièrement mise sur l'emplacement de l'impact automatique et du microphone. La mesure a été faite dans ce cadre en mode flexion du fait du caractère hétérogène des CFN. Cette disposition correspond à une vibration libre-libre de l'éprouvette ou l'endroit de l'impact est placé sur l'anti nœud c'est-à-dire au centre de l'éprouvette (Figure IV.2).

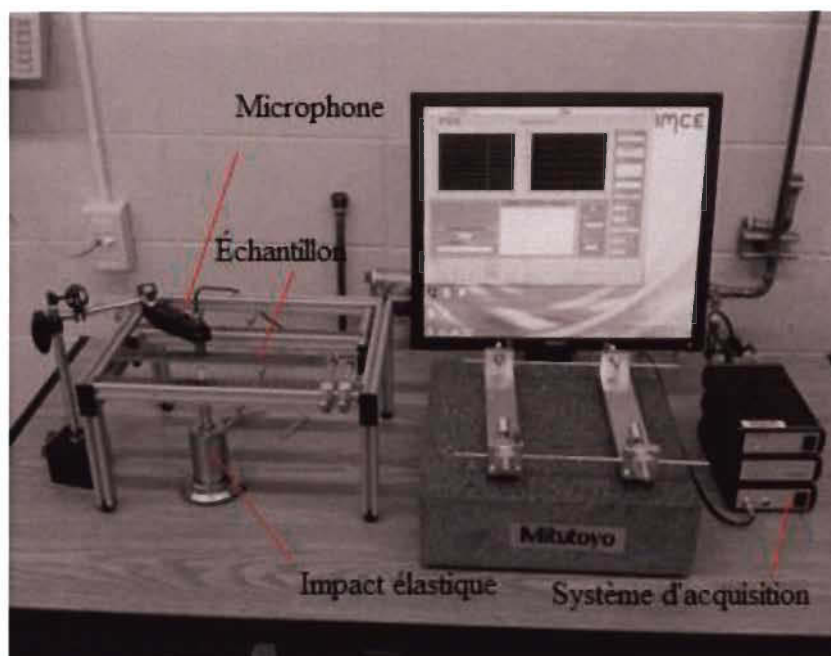


Figure IV.2 Banc d'essai de l'impulsion acoustique

#### IV.2.2. Essais de traction

En vue d'évaluer les propriétés statiques des échantillons et leurs différents mécanismes d'endommagement, les essais de traction couplés avec l'émission acoustique (EA) ont été effectués. Il faut aussi noter que le choix des paramètres de charge pour les essais de fatigue nécessite préalablement la connaissance des propriétés mécaniques en statique du matériau. Cinq (5) éprouvettes des différents stratifiés ayant subi des tests d'impulsion acoustique ont été donc soumises à la traction suivant la norme ISO 527 afin de déterminer leurs propriétés mécaniques. Les essais ont été effectués à une vitesse de 2mm/min sur une machine INSTRON de modèle LM-U150 (Figure IV.3) équipé d'une cellule de charge 150kN. Ces tests sont couplés avec un extensomètre de base 25mm qui permet de mesurer la déformation et avec des capteurs acoustiques pour évaluer leur mode d'endommagement. Les courbes contrainte-déplacement de

chaque éprouvette ont été tracées. Et le module de chaque échantillon a été calculé suivant la norme ISO 527 c'est à dire que le calcul du module  $E = \Delta\sigma/\Delta\varepsilon$  a été effectuées dans la gamme des valeurs appropriées pour la déformation (entre 0,0005 et 0,0025).



Figure IV.3 Machine de traction LMU-150

### IV.3. Techniques de l'évaluation de l'endommagement

#### IV.3.1. Technique d'émission acoustique

Le suivi de l'évolution de l'endommagement des éprouvettes a été réalisé à l'aide de l'émission acoustique au cours de l'essai de traction. L'acquisition des salves d'EA s'est réalisée grâce au système d'acquisition de MISTRAS, AEWin. Le système est constitué de deux capteurs de bande passante 500kHz à 1MHz connecté à deux préamplificateurs avec un gain de 40dB qui sont reliés à un système d'acquisition muni d'une carte PCI-2 qui convertis les signaux en paramètre de l'émission acoustique. Les deux capteurs sont positionnés sur la face des éprouvettes. La graisse de silicone permet d'assurer un bon couplage et une meilleure transmission des ondes entre l'éprouvette et les capteurs. Deux pinces permettent d'assurer le maintien des capteurs sur l'éprouvette lors des tests mécaniques. L'affichage en temps réel de la salve et de certains paramètres de la salve (l'amplitude, l'énergie, le temps de montée la durée et le nombre de coups) de l'émission acoustique sont transmis et stockés pour un post-traitement sur un micro-ordinateur grâce au logiciel AEWinTM. Ces paramètres sont définis par rapport à un seuil de 35dB pour éliminer tout bruit de fond. Pour ce seuil aucune salve n'est détectée lorsque l'éprouvette n'est pas sous sollicitation. Afin d'isoler une salve et d'éliminer l'écho d'une salve, les valeurs temporelles suivantes ont été choisies :

- PDT (Peak Definition Time) de 25 $\mu$ s. Cette valeur caractérise le temps de montée d'une salve.

- HDT (Hit Definition Time) de 150  $\mu$ s. Il définit la fin d'une salve.
- HLT (Hit Lockout Time) de 300  $\mu$ s. C'est la durée entre la fin d'une salve et la fin de son écho. Le temps d'aveuglement du système.

Les différents paramètres acoustiques sont illustrés sur la Figure IV.4. Avant tout essai, le système d'acquisition est calibré en effectuant les tests de casser de mines (2H en graphite) et d'AST (Auto Sensor Test).

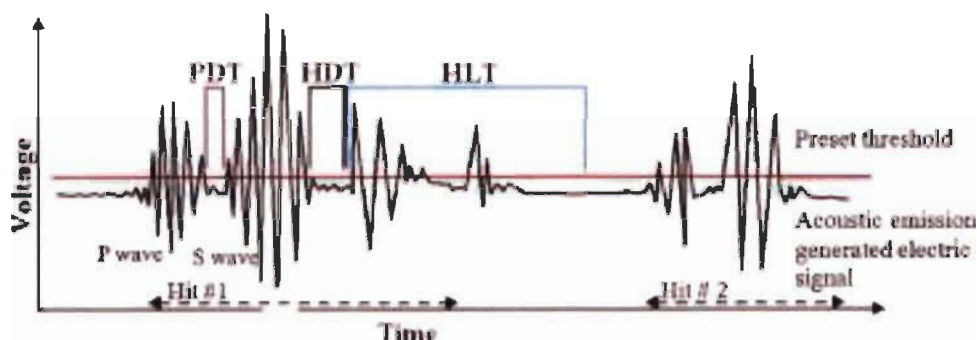


Figure IV.4 Différents paramètres temporels d'une salve de l'émission acoustique

Un autre post traitement des données des salves de l'émission acoustique s'est fait en utilisant la méthode des k-moyenne avec le logiciel « NOESIS ». Le but de ce traitement est de pouvoir discriminer les signaux d'EA afin d'identifier les mécanismes d'endommagement. L'algorithme de cette méthode est décrit par le diagramme de la Figure IV.5. La première étape après l'enregistrement et filtre des données brutes avec le logiciel NOESIS était de normaliser les descripteurs. Les cinq descripteurs les plus pertinents qui ont été choisis sont : le nombre de coups, l'énergie absolue, l'amplitude, temps de montée, la durée des coups. La seconde étape était d'effectuer un dendrogramme et l'analyse par composant principal (PCA) pour réduire le temps de calcul. Le dendrogramme consiste à normaliser les données des cinq descripteurs dans un intervalle de  $[-1 ; 1]$ . Le PCA permet ensuite de trouver une nouvelle base de vecteurs propres non corrélés par la combinaison linéaire des cinq descripteurs. Le nombre de descripteurs peut être réduit si une forte corrélation existe entre certains descripteurs. Le regroupement des signaux s'est fait à chaque itération grâce au calcul des distances euclidiennes pondérées entre les différents centres de classes. Un algorithme des k-moyenne non supervisé permet de classer les données. Si les classes des signaux sont stables, on arrête l'algorithme et on identifie les modes d'endommagement sur chaque éprouvette.



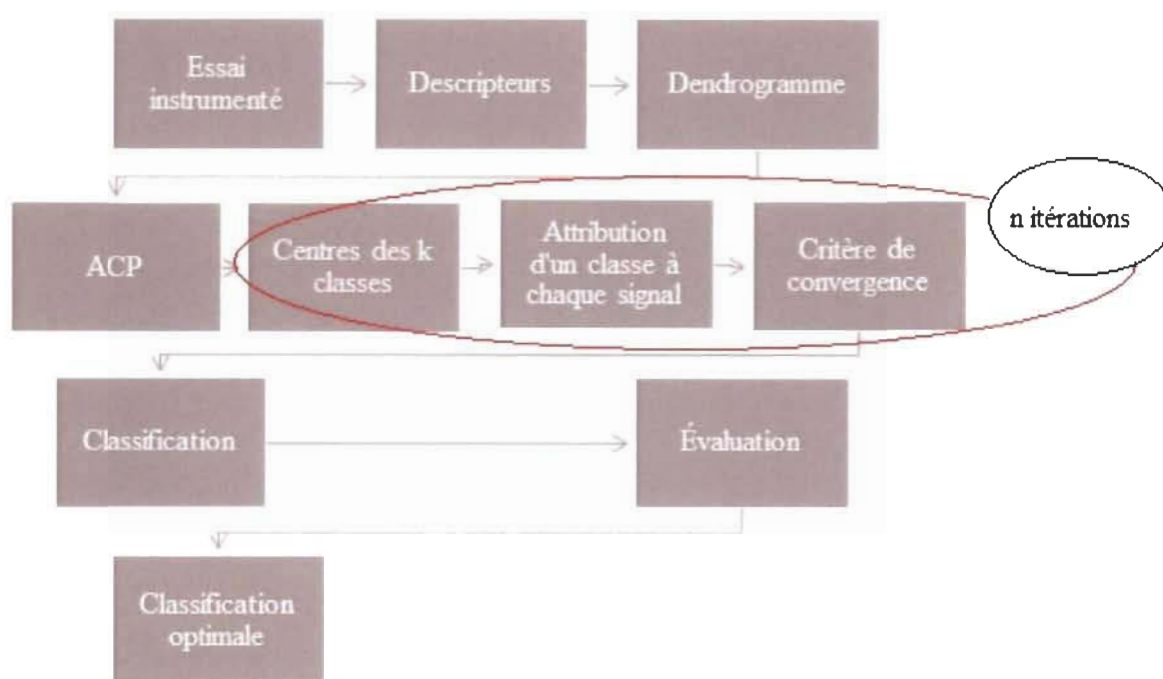


Figure IV.5 Algorithme de classification k-moyenne

#### IV.3.2. Microscopie optique et électronique à balayage (MEB)

Les éprouvettes observées au microscope ont été préalablement découpées suivant des dimensions adaptées au porte-échantillon des microscopes. Des observations des faciès de rupture ont été faites à l'aide d'une loupe binoculaire. Certaines de ces éprouvettes ont été enrobées dans la résine époxy et polie sur une polisseuse séquencée en plusieurs étapes pour des observations au MEB. Ces éprouvettes sont observées avec le microscope à transmission et le MEB qui possède un grossissement maximal de 50000 fois. Les échantillons observés au MEB ont été recouverts préalablement par de fines particules d'or par métallisation sous vide compte tenu de la non-conductivité électrique du composite lin/époxy.

### IV.4. Résultats et discussions

#### IV.4.1. Essais d'impulsion acoustique

Les valeurs de la fréquence de résonance et du module élastique obtenus pour les quatre stratifiés lin/époxy sont présentées dans la Table IV.2 avec leur coefficient de variation en parenthèse.

La fréquence de résonance est une réponse de l'élasticité de chaque stratifié montre la carte d'identité de la structure du matériau. Avec des éprouvettes ayant les mêmes dimensions et les mêmes masses, plus la fréquence de résonance est élevée, plus le matériau possède une propriété élastique élevée. Les éprouvettes orientées dans le sens des fibres  $[0]_{12}$  présentent dans ce travail la fréquence de résonance et le module dynamique les plus élevés des quatre stratifiés. À l'inverse les éprouvettes orientées en biais  $[\pm 45]_{3s}$  présentent une fréquence de résonance et un

module faibles. Mais il faut noter que la valeur du module des éprouvettes FE45 calculée grâce à l'équation IV.1 ne représente que son module de cisaillement du fait de l'orientation des fibres par le choix des tests effectués en mode flexion. Les autres orientations (FEH et FE90) présentent des modules de valeurs intermédiaires. De façon générale, la tendance du module pour ces quatre stratifiés concorde avec celle de la littérature où on constate généralement que le module élastique orienté dans le sens des fibres présente des valeurs plus importantes que celles des éprouvettes de configuration différente. Ces valeurs du module dynamique obtenu par impulsion acoustique vont être comparées dans la prochaine section au module élastique obtenu par traction.

*Table.IV.2. Fréquence et module des échantillons lin/époxy FE0, FE90, FE45 et FEH avec leur coefficient de variation en parenthèse*

Stratification	Notation	Fréquence(Hz)	E (GPa)
[0] <sub>12</sub>	FE0	101,4 (0,016)	40,60 (0,05)
[0/90] <sub>3s</sub>	FE90	83,52 (0,029)	26,96 (0,043)
[±45] <sub>3s</sub>	FE45	44,48 (0,029)	6,19 (0,016)
[0 <sub>2</sub> /90 <sub>2</sub> /±45] <sub>s</sub>	FEH	94,50 (0,04)	27,4 (0,019)

#### *IV.4.2. Essai de traction*

Les Figures IV.6 à IV.9 illustrent les courbes contrainte-déformation des 4 groupes de stratifiés de lin/époxy obtenus à température ambiante. Cinq (5) éprouvettes numéroté (N pour spécifier le numéro de l'échantillon) sont choisies au hasard. On observe pour les 4 figures que les courbes de traction sont peu dispersées alors que les éprouvettes sont prélevées de plaques différentes. Ceci démontre encore une fois de plus que le processus d'élaboration de notre matériau par la thermocompression est reproductible. Le comportement des courbes de traction est quasi-linéaire quel que soit l'orientation, sauf pour la configuration [±45]<sub>3s</sub> qui présente une tendance non linéaire jusqu'à la rupture.

La première phase linéaire des courbes de traction traduit le comportement purement élastique du composite lin/époxy. Elle permet de déterminer son module de Young suivant les normes ISO 527. La deuxième phase quasi linéaire traduit le comportement viscoplastique et les signes d'endommagement au sein du matériau.

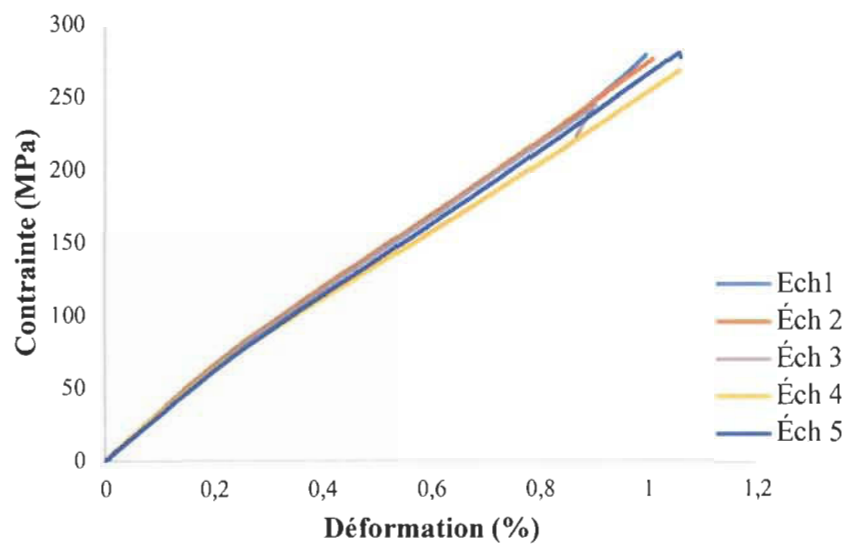


Figure IV.6 : Courbes contrainte/déformation des éprouvettes FE0 obtenues à partir des essais de traction

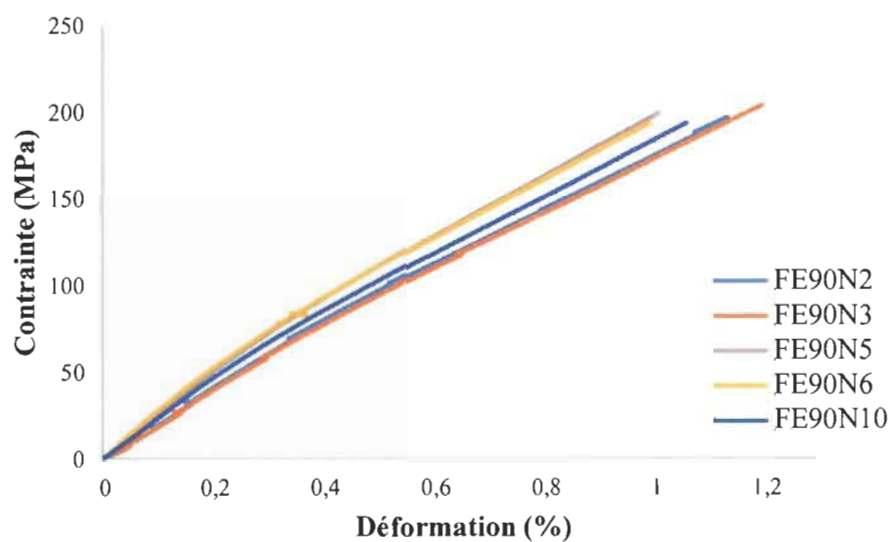


Figure IV.7 Courbes contraintes/déformation des éprouvettes FE90 obtenues à partir des essais de traction

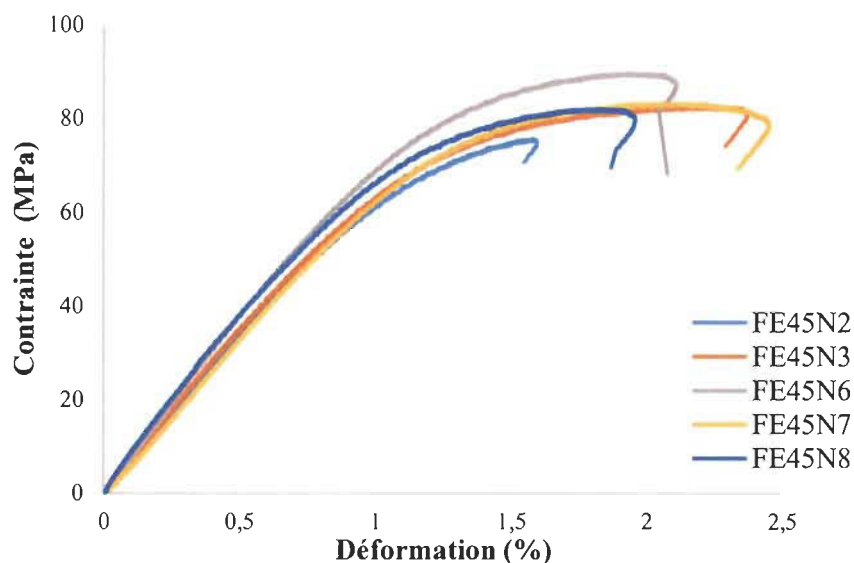


Figure IV.8. Courbes contraintes/déformation des éprouvettes FE45 obtenues à partir des essais de traction

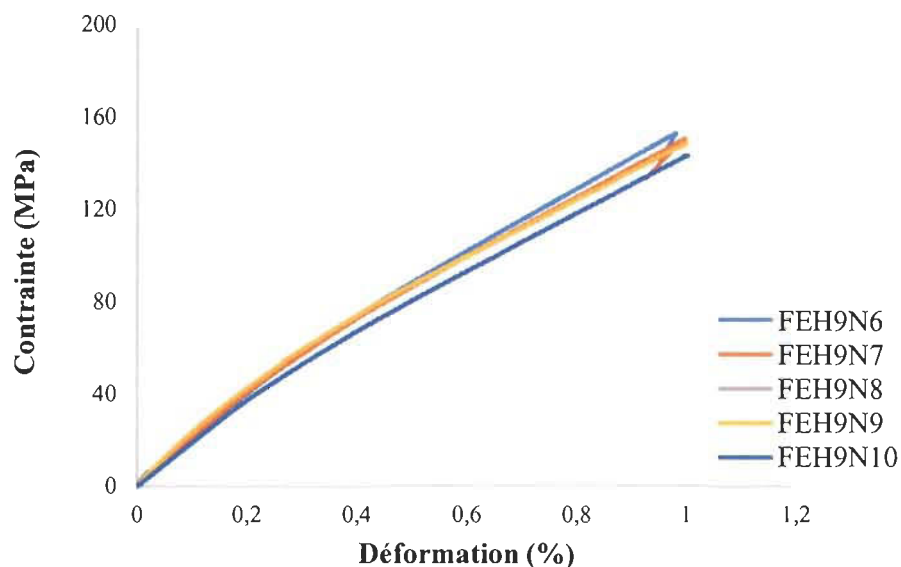


Figure IV.9. Courbes contraintes/déformation des éprouvettes FEH obtenues à partir des essais de traction

La Table IV.3 montre les différents résultats des propriétés mécaniques obtenus en traction pour les quatre stratifiés. Les échantillons sollicités dans le sens des fibres (FE0) ont un module de Young ( $E$ ) et une contrainte maximale ( $\sigma_{\max}$ ) élevés par rapport aux autres configurations. Les échantillons en biais (FE45) présentent au contraire un module élastique et une contrainte maximale plus faible. Ces résultats concordent avec ceux de la littérature [88] où les propriétés mécaniques en traction sont élevées lorsque les CFN sont sollicités dans la direction des fibres (orientation [0]) et faibles lorsque la matrice semble être la plus sollicitée (orientation en biais

[ $\pm 45$ ]). La déformation de rupture élevée des éprouvettes FE45 s'explique alors par la sollicitation de la matrice suivant l'axe de la traction. Les ordres de grandeur des modules élastiques obtenus en traction pour les trois stratifiés ( $[0]_{12}$ ,  $[0/90]_{3s}$ ,  $[\pm 45]_{3s}$ ) sont cohérents avec les valeurs issues de la littérature des CFN lin/époxy [8]. Le module élastique des éprouvettes FE0 est quatre fois supérieur aux éprouvettes FE45.

Table IV.3. Propriétés mécaniques en traction des échantillons lin/époxy FE0, FE90, FE45 et FEH avec leur coefficient de variation (en parenthèse).

Stratification	Notation	E (GPa)	$\sigma_{\max}$ (MPa)	$\xi_{\text{rup}}$ (%)
$[0]_{12}$	FE0	31,20 (0,03)	269,99 (0,054)	1,02 (0,054)
$[0/90]_{3s}$	FE90	22,17 (0,063)	198,01 (0,025)	1,06 (0,09)
$[\pm 45]_{3s}$	FE45	7,29 (0,056)	82,70 (0,059)	2,10 (0,16)
$[0_2/90_2/\pm 45]_s$	FEH	17,85 (0,039)	145,55 (0,055)	0,98 (0,049)

La comparaison des propriétés mécaniques de la configuration  $[0]_{12}$  avec les valeurs de LINÉO NV (voir la Table III.2) montre que le module élastique  $E$  et la contrainte maximale  $\sigma_{\max}$  des éprouvettes FE0 obtenues sont presque semblables malgré l'utilisation d'une technique de fabrication différente. On note une légère diminution des propriétés mécaniques obtenues dans notre cas est liée à la présence de microvides dû à la présence importante de fibres proportion de fibres qui est supérieure (environ 60%) à celle de LINÉO (50%). En effet, la faible présence de résine rend le composite plus fragile. La résine polymère a pour rôle principal d'apporter une certaine ductilité au matériau composite. Il faut aussi noter que la diminution de la déformation à la rupture ( $\xi_{\text{rup}}$ ) peut être aussi liée la présence de microvides au sein du matériau. La présence de microvides peut générer au cours d'une sollicitation mécanique d'un matériau des contraintes résiduelles qui peut à son tour engendrer une rupture précoce du matériau. Si l'on compare le procédé par RTM (Resin Transfer Molding) utilisé par LINÉO à celui de la thermocompression utilisée dans notre travail, le RTM limite la perte de résine lors de la fabrication et permet à la résine de remplir convenablement le vide entre les fibres et à l'intérieur des fibres avant sa réticulation. Le faible pourcentage de résine et la présence de microvides pourraient expliquer la différence de déformation à la rupture ( $\xi_{\text{rup}}$ ) obtenue dans notre cas par rapport aux résultats de LINÉO.

La comparaison des modules élastiques obtenus par impulsion acoustique (voir Table IV.2) avec ceux obtenus en traction (voir Table IV.3) montre que les modules d'impulsion acoustique présentent des valeurs relativement plus élevées que celles des modules de traction, sauf pour les

échantillons de configuration  $[\pm 45]_{3s}$  où le module évalué par impulsion acoustique correspond au module de cisaillement du fait de la configuration de ce matériau et le choix du mode d'acquisition des ondes (mode flexion). Les modules élastiques en traction et en impulsion acoustique restent quand même relativement proches l'un de l'autre excepté pour les éprouvettes FEH pour lesquelles on observe une très grande variation à cause de la configuration de cet échantillon. Récemment, notre équipe a pu observer le même phénomène sur la comparaison des valeurs des modules obtenus par l'utilisation de ces deux techniques dans le cas des tissés de composites lin/époxy [10]. La différence entre les valeurs de ces deux techniques est principalement liée à la nature de leur sollicitation. En effet, les essais de traction induisent dans l'éprouvette des changements des propriétés rhéologiques, tandis que les tests d'impulsion acoustique n'engendrent pas des modifications de structure au sein des éprouvettes. La réponse de l'échantillon pour une sollicitation en impulsion acoustique est sur une très courte durée en un très faible niveau de contrainte est essentiellement élastique alors que les essais quasi-statiques le sont un peu moins. Les éprouvettes sont testées sous contraintes libres. Ce qui fait que le module obtenu en impulsion acoustique reste généralement supérieur au module en traction. Pour les essais d'impulsion acoustique, il existe aussi une forte interaction entre la géométrie de l'éprouvette et la longueur d'onde du signal acoustique envoyé par le matériau lorsque celui-ci est excité. Pour le cas des composites, la résonance acoustique peut différer d'une éprouvette à une autre du fait de l'hétérogénéité de ce matériau. Cette technique est plus adaptée pour les matériaux monolithiques. De façon générale pour le cas des composites, l'évaluation du module par la méthode d'impulsion acoustique présente donc une forte sensibilité par rapport à la variation des masses, des dimensions et aussi de la configuration de l'éprouvette. Bien que cette méthode dynamique présente une certaine limite, elle permet de mettre en évidence de façon rapide, sans qu'il ait rupture de l'éprouvette, les différences relatives entre les propriétés mécaniques des différentes configurations des stratifiés de composite. L'impulsion acoustique sera utilisée comme technique non destructive dans la suite de ce travail afin de suivre l'évolution mécanique des échantillons sans pour autant les casser.

#### *IV.4.3. Fractographie des composites en quasi-statique*

Les observations visuelles des différents faciès de rupture (Figure IV.10) donnent un premier aperçu sur les mécanismes d'endommagement au sein de chaque stratifié. On observe que la rupture des 4 stratifiés se produit dans des plans différents stratifiés.





Figure IV.10. Faciès de rupture des échantillons FE0, FE90, FE45 et FEH après les essais de traction

On observe que la rupture des 4 stratifiés se produit dans des plans différents.

- Une rupture brutale des éprouvettes FE0 même si leur contrainte à la rupture est la plus élevée. Cette rupture est initiée à une zone précise de l'éprouvette, elle se propage ensuite transversalement sur quelques millimètres, puis longitudinalement et se termine par une explosion.
- Les éprouvettes FE45 présentent une rupture rectiligne intralaminaire en biais. On observe aussi une rupture irrégulière des fibres. Cela démontre que la rupture des fibres est plus liée à la sollicitation de la matrice ce qui engendre un arrachement des fibres à la rupture.
- Les échantillons FE90 sont repérés par des ruptures nettes et droites perpendiculairement à la direction du chargement. Il n'y a pas de délaminage ni de rupture transverse.



- En plus du mécanisme de délaminage qui est bien visible pour les éprouvettes FEH, leur faciès de rupture présente aussi d'autres types de ruptures comme la rupture transversale et de déchaussement d'amas de fibres. Malgré aussi leur caractère fragile, on n'a aucune rupture suivant l'axe de la direction du chargement comme cela a été observé pour les éprouvettes FE0.

Les différents résultats obtenus lors des tests mécaniques et la comparaison de ces résultats avec la littérature confirment la dépendance des propriétés mécaniques du lin/époxy à l'orientation, à la proportion volumique, ainsi qu'au procédé de fabrication des fibres. Les images des faciès de rupture montrent qu'il existerait pour ces stratifiés des modes de rupture préférentielles pour chaque type de configuration de stratifiés. Les analyses acoustiques vont permettre par la suite de clarifier cette affirmation.

#### *IV.4.4. Analyse des données de l'émission acoustique (EA)*

L'analyse des salves d'EA par la classification multivariable avec l'algorithme des k-moyennes sur NOESIS a permis d'identifier les modes d'endommagement pour les quatre stratifiés de lin/époxy ayant subi des essais de traction. Les Tables IV.4 et IV.5 illustrent les caractéristiques des différentes classes obtenues ainsi que la proportion des différents modes d'endommagement. Trois grandes classes de signaux ont été formellement identifiées pour les éprouvettes FE0, FE90 et FE45. Ces signaux proviennent des microfissurations matricielles (classe A), des décohésions des interfaces fibres/matrice (classe B) et de la rupture des fibres (classe C). Une quatrième classe a été identifiée pour les éprouvettes FEH, ces signaux se réfèrent au délaminage des couches (classe D). La Table IV.5 présente les pourcentages d'évènements pour chaque classe obtenue pour les différents types d'éprouvettes. Les caractéristiques acoustiques identifiées pour les différents stratifiés étudiés dans ce travail correspondent à ceux retrouvés dans la littérature pour les composites de lin/époxy [14, 59].

Table IV.4. Caractéristiques et les mécanismes associés à chaque classe

Classe	Mécanisme de rupture	Amplitude (dB)	Durée ( $\mu$ s)	Temps de montée ( $\mu$ s)	Énergie (aJ)	Nombre de coups
A	Fissuration de la matrice	[42-60]	45 à 1000	Entre 20 et 300 (moyen)	< 1500	>100
B	Décohésion fibre/matrice	[52-70]	50 à 1600	Entre 10 et 100 (court)	Entre 2000 et 10000	Entre 30 et 100
C	Rupture des fibres	[70-100]	120 à 14000	Entre 10 et 100 (court)	>10000	> 200
D	Délaminage des couches	[65-75]	60 à 2250	Entre 10 et 100 (court)	Entre 5000 et 10000	Entre 30 et 100

Table IV.5. Pourcentage des classes pour chaque type d'éprouvette

	Classe A	Classe B	Classe C	Classe D
FE0	46,2%	42,6%	11,2%	0%
FE90	53,6%	34,1%	12,3%	0%
FE45	51,3%	45,2%	3,5%	0%
FEH	34,3%	40%	6,7%	19%

Les Figures IV.11 à IV.14 illustrent la chronologie de l'apparition des modes d'endommagement ainsi que leurs caractéristiques (salves cumulées, durée et hits en fonction du temps ou de l'amplitude).

- Les événements de la classe A sont les premiers qui apparaissent dans la chronologie de l'endommagement des éprouvettes. Ils ont une faible amplitude (42-60dB), une durée et un temps de montée assez lent ainsi qu'une faible énergie absolue. Les caractéristiques liées à ces cinq descripteurs sont généralement associées au phénomène de fissuration matricielle. Les signaux de type A sont généralement les plus importants lors de l'endommagement des composites. Cette classe peut aussi contenir des signaux liés au phénomène de frottement matrice/matrice.
- La classe B présente, pour ces cinq descripteurs, des valeurs un peu plus élevées que ceux de la classe A. Les événements correspondants à cette classe sont liés au phénomène de décohésion fibre/matrice. Cette classe peut aussi regrouper les signaux liés au phénomène de

déchaussement des fibres. On peut constater un accroissement des nombres de signaux de la classe B pour l'éprouvette FE45 qui concorde avec les images du faciès de rupture observé pour cette configuration où le phénomène de déchaussement des fibres est plus important.

- La classe C présente par contre des valeurs élevées pour ces cinq descripteurs. Cette classe qui apparaît en fin des essais correspond à la rupture de fibres ou de faisceaux de fibres. On peut constater que les événements de cette classe sont plus importants pour les éprouvettes FE0 et FE90. Ces éprouvettes ont subi beaucoup de fissurations transverses et longitudinales des fibres.
- La dernière, la classe D se distingue majoritairement chez des éprouvettes FEH. Bien qu'elle possède des descripteurs très similaires à ceux de la classe C, elle présente une énergie absolue et une durée moins importantes que la classe C. L'amplitude est située entre 65 et 75 dB. Les événements de cette classe peuvent être associés au phénomène de délaminage qui a été clairement observé au niveau des faciès de rupture des éprouvettes FEH (Figure IV.10).

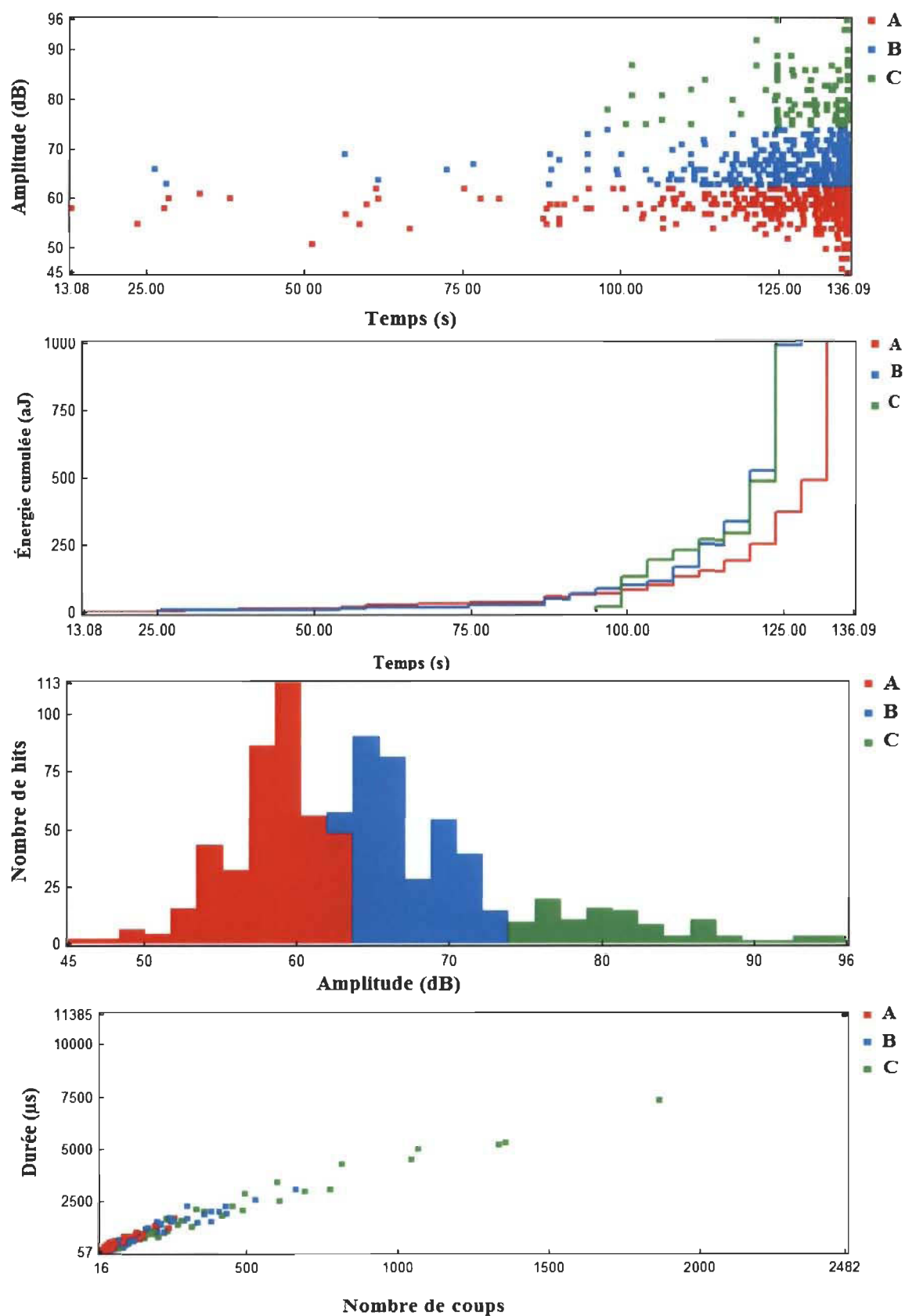


Figure IV.11. Classification des événements pour l'éprouvette FE0

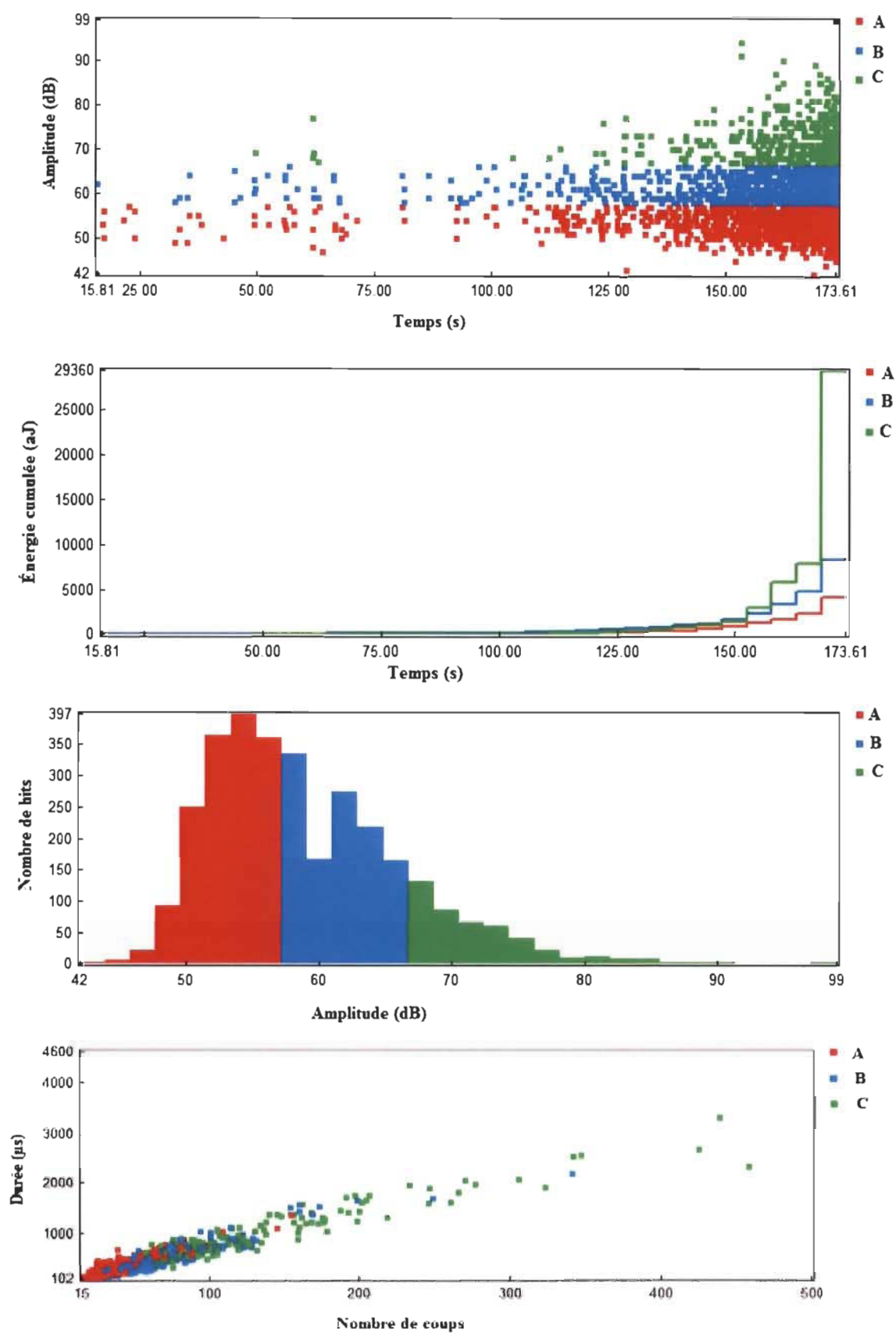


Figure IV.12. Classification des événements pour l'éprouvette FE90

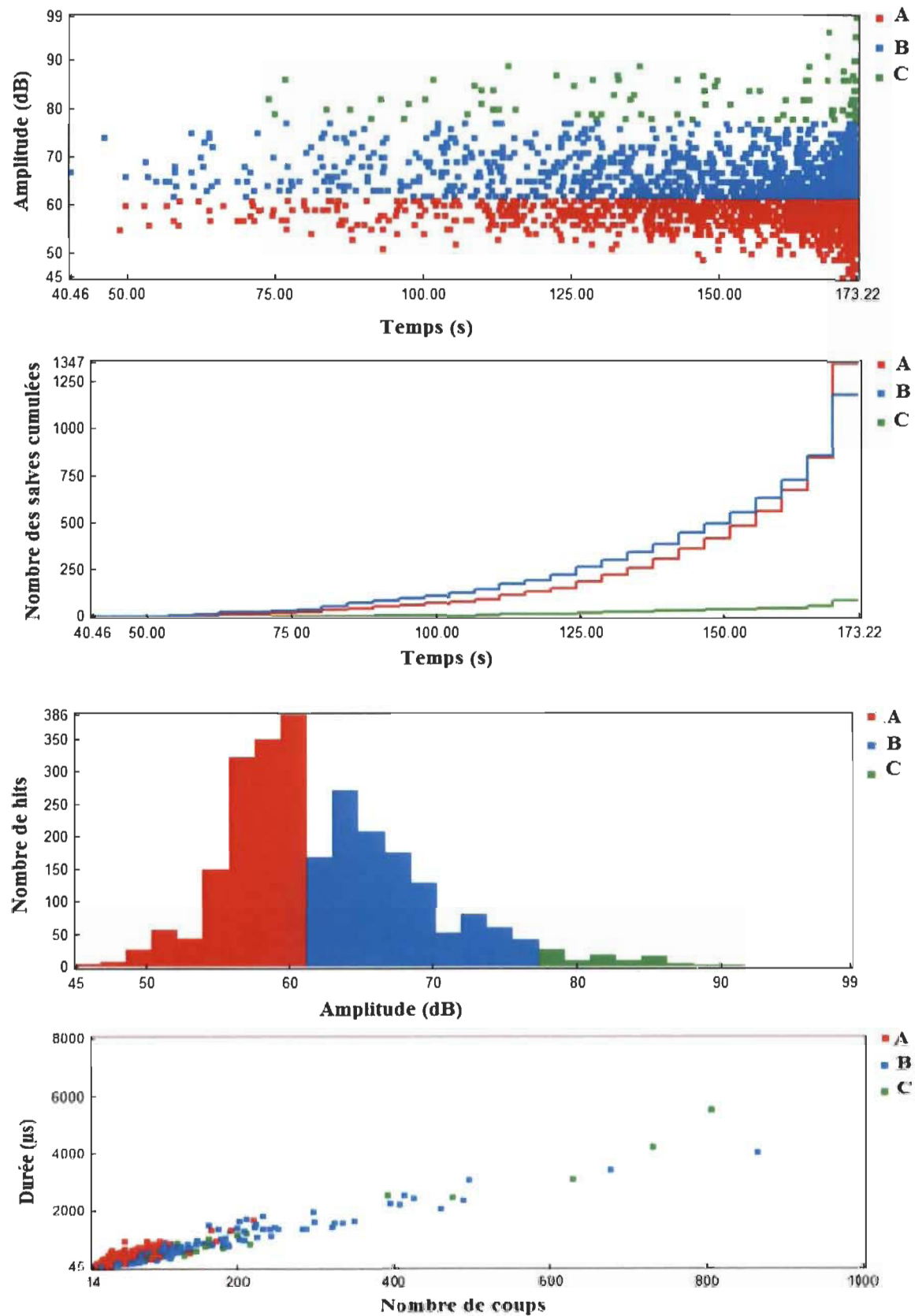


Figure IV.13. Classification des événements pour l'éprouvette FE45

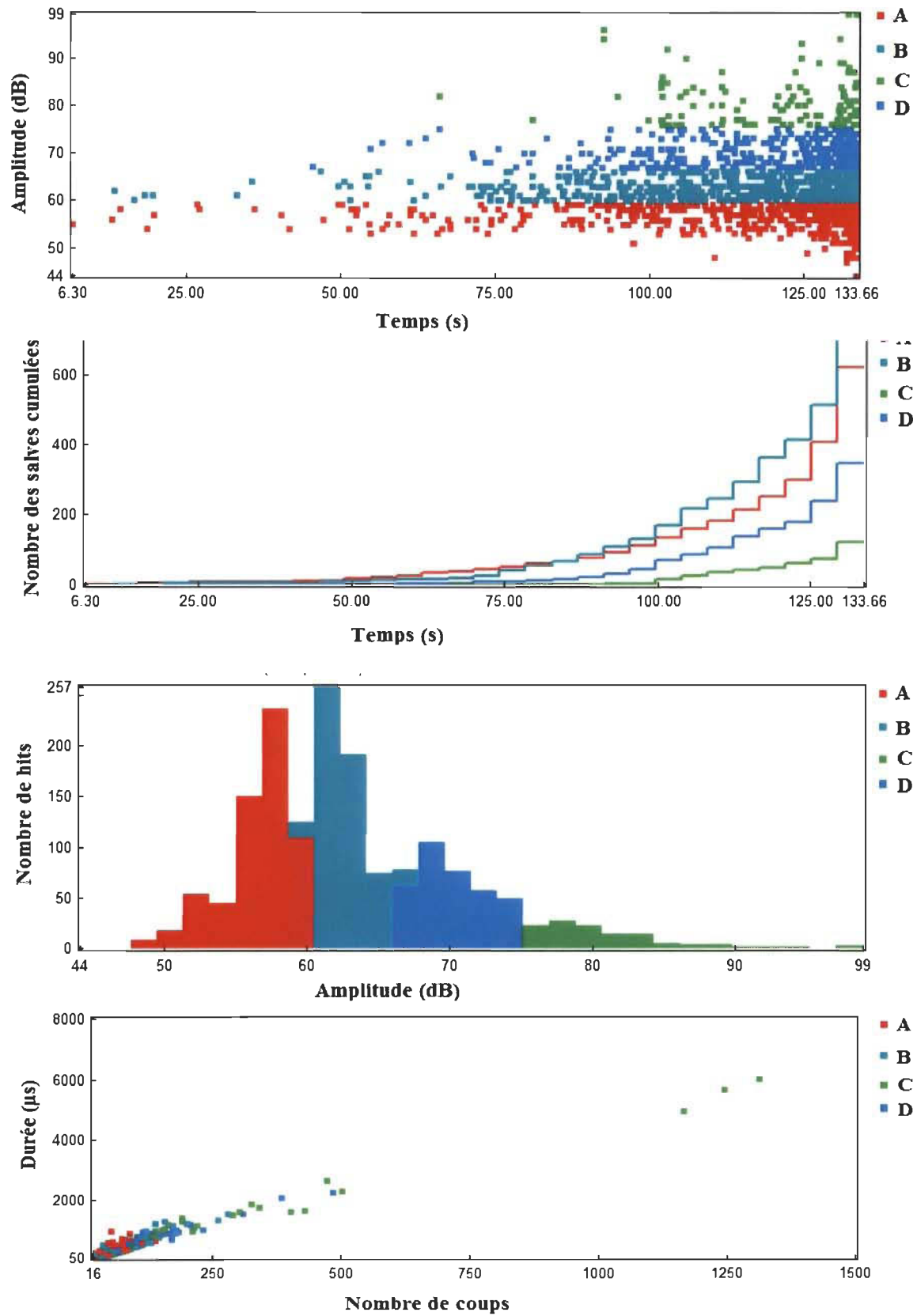


Figure IV.14. Classification des événements pour l'éprouvette FEH



#### IV.5. Conclusion

Dans ce chapitre, on a abordé l'étude du comportement mécanique spontané et le suivi de l'endommagement des stratifiés de lin/époxy de configuration  $[0]_{12}$ ,  $[0/90]_{3S}$ ,  $[\pm 45]_{3S}$  et  $[0_2/90_2/\pm 45]_S$ . Les essais mécaniques quasi statiques et les tests d'évaluation d'endommagement de chaque stratifié ont été effectués. Les résultats montrent qu'avec un taux de fibres presque identiques, la configuration unidirectionnelle  $[0]_{12}$  du lin/époxy possède des propriétés mécaniques meilleures que d'autres configurations. Les propriétés mécaniques de ce composite sont d'ailleurs meilleures que celles obtenues dans la littérature du fait de la forte proportion de fibres dans ce matériau. On a observé une faible dispersion des propriétés mécaniques pour ces quatre configurations bien que les éprouvettes aient été choisies sur des plaques différentes. Cette faible dispersion est liée à la matière première (pré-imprégné) utilisée pour la fabrication du composite et aussi du choix judicieux des paramètres de moulage par thermocompression. Ces résultats confirment la répétabilité de la fabrication de cet échantillon par la thermocompression.

La mesure de la rigidité par les deux techniques que sont l'impulsion acoustique et la traction montre une certaine différence entre les valeurs malgré que la tendance de l'évolution du module en fonction de la configuration du lin/époxy reste généralement la même. Cette différence des valeurs de la rigidité est surtout liée à l'évaluation différente de la rigidité pour chaque technique (module dynamique pour l'impulsion acoustique et statique pour la traction).

Les résultats des tests d'émission acoustique et les observations optiques montrent les mécanismes d'endommagement au sein du matériau dépendent surtout de la configuration du stratifié lin/époxy. Et de plus, les classes d'endommagement obtenues par l'analyse multiparamétrique coïncident avec celles de la littérature pour le lin/époxy. Un lien direct peut se faire entre les mécanismes observés et le comportement mécanique de chaque type de stratifié. Les résultats de corrélation avec la fractographie et l'émission acoustique ont montré que la technique d'émission acoustique permet d'identifier de façon explicite par la méthode multiparamétrique les différents mécanismes causant l'endommagement au sein d'un tel matériau. Avec ces différents résultats obtenus sur le comportement mécanique et l'endommagement par sollicitation mécanique en traction du lin/époxy, une étude de l'influence du vieillissement sur le comportement mécanique peut aisément être effectuée.

## **V. CHAPITRE V : VIEILLISSEMENT ENVIRONNEMENTAL**

## V.1. Introduction

Les résultats obtenus au chapitre précédent démontrent que les stratifiés lin/époxy possèdent des propriétés mécaniques spontanées intéressantes pour des applications en ingénierie. La suite de ce travail va être d'étudier l'influence du vieillissement sur leur comportement mécanique en traction. L'influence du vieillissement sur leurs propriétés physiques et chimiques va être aussi abordée.

Le stratifié  $[0_2/90_2/\pm 45]_s$  nommé FEH a été choisi pour l'étude du vieillissement du lin/époxy à cause de sa configuration quasi isotrope. En effet, ces configurations sont les plus sollicitées pour les applications de structure en ingénierie, car leurs propriétés mécaniques sont presque égales dans toutes les directions.

Dans la littérature, les méthodes de vieillissement des CFN varient essentiellement en fonction du type d'application visée et du matériau. Pour les matériaux composites à base de fibres naturelles, l'eau est un paramètre de dégradation essentiel à prendre en considération dans l'étude de la durabilité d'un CFN à cause du caractère hydrophile des fibres naturelles. La température est souvent considérée dans ces études comme étant un facteur d'accélération du processus de vieillissement à l'eau. Cette approche généralement utilisée par les chercheurs doit cependant s'assurer que les températures mises en jeu ne modifient pas la structure du matériau. L'étude de l'influence de la température sur les propriétés mécaniques des CFN est donc assez mal connue. L'idée de cette section est de pouvoir évaluer l'influence des deux facteurs environnementaux que sont la température et l'eau sur les propriétés du CFN nommé FEH. Dans un premier temps l'influence du vieillissement hygrothermal (eau et température combinées) sur le comportement mécanique va être évaluée. Dans la deuxième partie, on va étudier l'influence de la température sur son comportement mécanique et ses propriétés chimiques. La Figure V.1 résume la démarche expérimentale adoptée dans ce chapitre. Un résumé général du plan d'expérience des différents essais de vieillissement environnemental effectué dans ce travail est illustré par la Table V.1. Les paramètres choisis dans chaque essai ainsi que les sections des chapitres dédiés à l'évolution des variables d'études ont été marquées dans la Table V.1

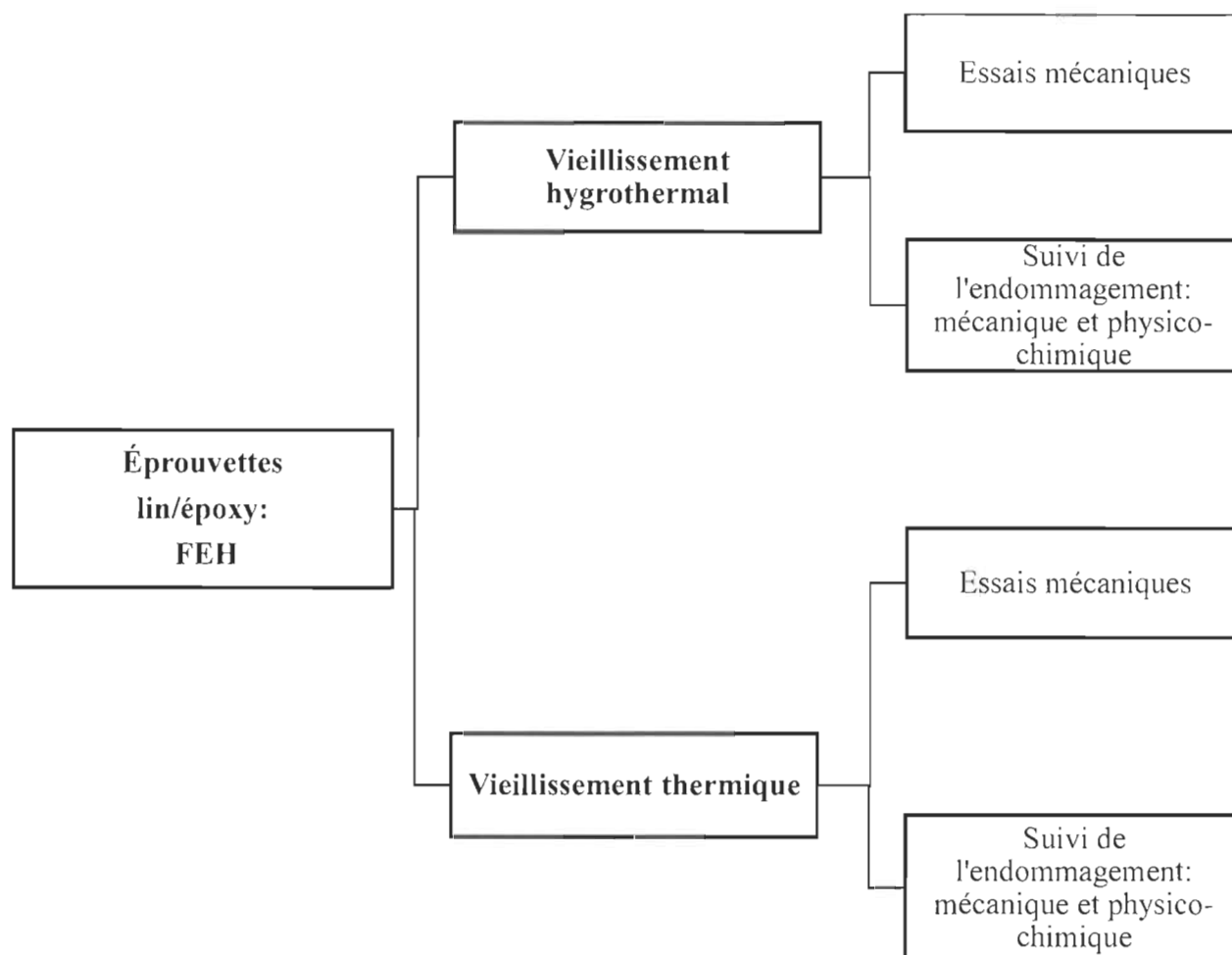


Figure V.1. Diagramme des différents essais et analyses de vieillissement du composite lin/époxy

Table V.1. Plan d'expérience des tests de vieillissement

Vieillissement	Nombre d'éprouvettes	Température	Taux d'humidité (%)	Temps d'exposition (h)	Masse	Propriété mécanique	Endommagement
Hygrothermal	25	Eau (60°C)	100	Saturation	Section V.3.1.1	Section V.3.1.2	Section V.3.1.3
		Séchage (60°C)	0	48			
Thermique	5	-20°C	0	--	--	Section V.3.2.1	Section V.3.2.2
		0°C					
		60°C					
		100°C					
		160°C					

## V.2. Méthodes de vieillissements accélérés

### V.2.1. Vieillissement hygrothermal

Pour cette étude, la méthode de vieillissement accéléré hygrothermal a été adoptée en respectant les recommandations suggérées dans la littérature. Il s'agit essentiellement d'utiliser un grand

nombre d'éprouvettes pour faire les tests et de s'assurer que la température de l'eau ne dépasse pas la température de transition vitreuse du matériau. Des recherches effectuées sur ce type de matériau par Khalfalla et al. [89] ont montré que ce composite a une température de transition vitreuse de 67°C. Du fait qu'il n'existe aucune norme spécifique pour les essais hygrothermal des CFN, on a décidé dans le cadre de ce travail de faire nos essais de vieillissement hygrothermal en se basant sur la norme ASTM D 570-98. Une série de 25 éprouvettes FEH ont donc été choisies en s'assurant que celles-ci ne présentent aucune rayure en surface. Avant leur immersion dans l'eau, ces éprouvettes ont été conditionnées dans un four à 50°C pendant 72h afin d'éviter toute absorption de l'humidité dans l'air ambiant. Après la prise de masse, les éprouvettes ont été par la suite immergées dans un bain d'eau distillée chauffée par un thermostat à 60°C. L'eau distillée a été choisie pour notre test du fait qu'elle ne contient aucune particule pouvant ralentir la diffusion à l'intérieur du matériau. La Figure V.2 montre une série d'échantillons FEH immergés dans le bain thermal ISOTEMP. Les échantillons sont complètement immergés et disposés de façon verticale dans l'eau à l'aide des séparateurs plastiques. Cette disposition permet d'avoir une exposition uniforme de la surface des échantillons à l'eau et une libre diffusion de l'eau. Une fois la saturation atteinte, les éprouvettes pesées sont ensuite mises dans un four à 60°C pendant 48h pour éliminer l'eau à l'intérieur. Ces éprouvettes vieilles ont été ensuite utilisées pour subir des tests mécaniques de traction et de fatigue.



Figure V.2. Échantillon FEH immergée dans de l'eau distillée

#### *V.2.2. Mesure des caractéristiques d'absorption*

La mesure de la cinétique d'absorption d'eau a été réalisée en utilisant la méthode de gravimétrie. Cette méthode consiste à suivre l'évolution de la masse d'eau absorbée par l'échantillon au cours du temps à l'aide d'une balance de précision de 0,1 mg. La figure V.3 montre le bain ISOTEMP

et la balance de précision utilisée dans le cas de notre étude. La mesure de masse s'est faite à l'intervalle régulier. Pour les premiers essais, la prise de masse a été effectuée à chaque 48h. Les éprouvettes sont sorties de leur bain et leurs surfaces sont légèrement essuyées avec du papier absorbant afin d'éliminer l'excès d'eau accumulée à la surface. Les échantillons sont ensuite remis dans le bain après la prise de mesure de leur masse, de leur dimension et des tests d'impulsion acoustique. La mesure s'est effectuée jusqu'à ce que l'on atteigne la saturation (stabilisation de la masse).

L'équation ci-dessous relie le pourcentage de masse d'eau absorbée  $M_t$  (%) au taux de variation de la masse de l'échantillon  $W(t)$  vieilli à l'instant  $t$ , et à la masse de l'échantillon non vieilli  $W_0$  (Équation V.1)

$$M_t(\%) = \frac{W(t) - W_0}{W_0} \times 100 \quad (\text{éq. V.1})$$

Le modèle d'absorption à une phase [90] a été considéré dans cette étude. Ce modèle utilise la seconde loi de Fick à une dimension pour décrire la diffusion des molécules d'eau au sein du matériau. Le coefficient de diffusion peut s'exprimer en fonction du gain de masse  $M_t$  (%), de la prise de masse à saturation  $M_m$  (%), de l'épaisseur  $h$  du matériau et le temps de conditionnement  $t$  (équation V.2. Cette équation est valable lorsque le rapport de masse entre  $W(t)$  et  $W_0$  est inférieur à 60%)

$$D = \frac{\pi}{(4M_m)^2} \left( \frac{M_t h}{\sqrt{t}} \right)^2 \quad (\text{éq.V.2})$$



Figure V.3. Bain hydrothermal (Isotemp) avec la balance de précision

### V.2.3. Vieillessement thermique

L'effet de la température sur les propriétés mécaniques a été étudié sur les éprouvettes quasi isotropes FEH. Les éprouvettes ont été testées à 5 niveaux de température différents ( $T = -20, 0, 60, 100$  et  $160^{\circ}\text{C}$ ) dans une enceinte climatique de modèle MTS 501 directement couplée avec la machine de traction MTS 809. Pour des niveaux températures inférieures à la température de la pièce ( $21^{\circ}\text{C}$ ), de l'azote liquide a été connecté à l'enceinte climatique MTS 501. Celle-ci régule l'injection du froid au sein de l'enceinte et contrôle aussi la température de l'enceinte via une sonde. Afin de s'assurer que les éprouvettes ont effectivement atteint la température consignée, un thermocouple a été directement collé sur chaque éprouvette. Une fois la température de consigne atteinte sur le multimètre, on effectue un délai de 30 min d'attente avant de pouvoir débiter les essais de traction. Un échantillon a été testé à chaque niveau de température. Les essais de traction ont été effectués sur la machine servohydraulique MTS 809 dans la chambre environnementale en suivant la norme ASTM D3039. Les tests ont été couplés à un extensomètre qui mesure la déformation de l'échantillon. La Figure V.4 illustre deux photos du dispositif.



Figure V.4. Dispositif d'essai de traction avec la machine MTS 809 dans une chambre environnementale couplé avec un extensomètre et un thermocouple

### V.2.4. Caractérisation thermogravimétrique

Les analyses thermogravimétriques (TGA) ont été effectuées sur différents échantillons FEH à l'aide d'un équipement de modèle Perkin Elmer. Cette machine permet de suivre la variation de masse d'un échantillon en fonction de la température. En vue de faciliter la lecture, la dérivée de la courbe de variation de masse en fonction de la température (DTG) a été représentée. Des



échantillons de 20mg ont été prélevés sur le pré imprégné, des éprouvettes saines et vieilles à l'eau. Le test a été effectué suivant la norme ASTM D 2584 avec une vitesse de  $5^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$  entre une température allant de  $50^{\circ}\text{C}$  à  $600^{\circ}\text{C}$ . La variation de la perte de masse de ces échantillons a été mesurée en fonction de la température.

#### V.2.5. Caractérisation par FT-IR

En vue de vérifier le comportement des liaisons chimiques après vieillissement, les échantillons FEH sains et vieillis ont été examinés par spectromètre infrarouge à Transformée de Fourier (FT-IR). Le FT-IR est composé d'une source infrarouge, d'un interféromètre de Michelson et d'un détecteur (Figure V.5). Les échantillons sont d'abord broyés dans des pastilles de bromure de potassium (KBr) avant d'être testés dans le spectromètre FT-IR de modèle Perkins Elmer. Un rayonnement est envoyé par la source qui traverse l'interféromètre puis l'échantillon. Ce rayonnement absorbé par l'échantillon induit des mouvements moléculaires au sein de l'échantillon. Les signaux reçus par le détecteur sont traités et la fréquence de vibration spécifique à certains groupements fonctionnels de l'échantillon est identifiée à l'aide de l'analyse des spectres. La fenêtre d'étude est de  $4000$  à  $400\text{ cm}^{-1}$  de nombres d'ondes.

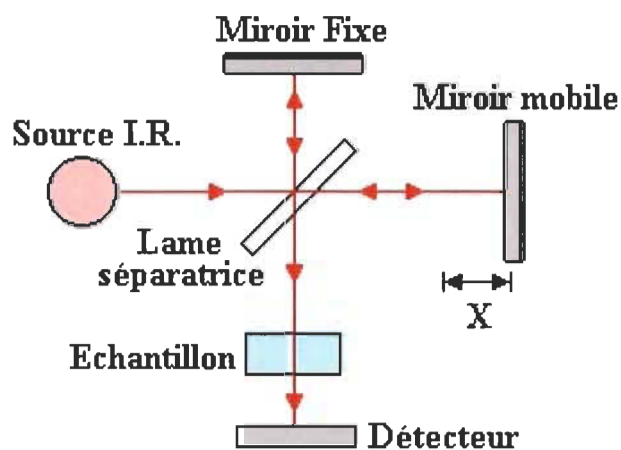


Figure.V.5. Principe du spectromètre infrarouge à Transformée de Fourier (FT-IR)

### V.3. Résultats et discussions

#### V.3.1. Immersion hygrothermal

Le paragraphe suivant expose les résultats et l'analyse du vieillissement hygrothermal des échantillons de FEH immergés dans l'eau à la température de  $60^{\circ}\text{C}$ . La première phase de l'analyse consiste à étudier le profil d'absorption de ce composite et l'influence du vieillissement

sur les liaisons chimiques. La deuxième partie a permis d'étudier l'effet du vieillissement sur les propriétés mécaniques en traction des éprouvettes FEH.

#### V.3.1.1.Évolution de l'absorption d'eau

L'évolution de la masse des 25 éprouvettes FEH a été suivie lors du processus de vieillissement hygrothermal. La Figure V.6 illustre la cinétique de l'absorption d'eau moyenne des 25 éprouvettes. On observe deux grandes phases d'évolution de forme sigmoïde : la phase de diffusion et la phase de saturation. À la phase de diffusion, on assiste à une absorption rapide de l'eau. Cette forte sorption d'eau démontre que celle-ci arrive facilement à pénétrer dans les éprouvettes. En effet, la faible proportion de résine époxy dans les éprouvettes qui joue un rôle de couche imperméabilisante des surfaces externes de l'échantillon favorise la diffusion rapide de l'eau. Les fibres de surface vont alors faciliter l'absorption massive d'eau au moment de l'immersion des éprouvettes.

Les premières prises de mesure à 48h ne permettent pas de voir le comportement de la diffusion de l'eau avant la saturation (Figure V.6). Afin de pouvoir récupérer les données sur l'évolution de diffusion au début de l'immersion et de pouvoir déterminer le coefficient de diffusion, on a repris cinq nouveaux échantillons FEH à une immersion hygrothermal à 60°C dans les mêmes conditions que les 25 éprouvettes précédentes jusqu'à saturation. Les prises de mesures de masses ont été effectuées toutes les 4h au cours des premières 24h de l'immersion. Les résultats (Figure V.7) montrent une diffusion non linéaire de l'absorption d'eau. Le coefficient de diffusion a donc été déterminé à partir des données de ces cinq échantillons en utilisant l'équation I-6. La valeur obtenue pour ce coefficient est de l'ordre de  $3,98 \pm 0,12 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^2/\text{s}$ . Cette cinétique assez importante de l'eau dans les échantillons est liée à la forte proportion de fibres ( $V_f$  de 61,87%) au sein du matériau et de la présence potentielle de microvides au sein du matériau. Les fibres naturelles au caractère hygrophile facilitent donc l'absorption et la diffusion de l'eau. Il faut noter que la température de l'eau qui était de 60°C contribue aussi à l'accélération du processus de diffusion de l'eau au sein du matériau.

Après 48h, on observe une stabilisation de l'absorption d'eau. Cette deuxième phase est appelée la phase de saturation. L'échantillon atteint un taux moyen d'absorption d'eau de 28,34%. À la phase de saturation, on observe une légère perte de masse liée probablement à la perte de la matière dans le matériau. Cette perte de la masse est peut-être due à la présence potentielle dans le matériau de matières solubles ou à un rejet de composés chimiques par le matériau. La coloration de l'eau distillée et le changement de couleur des éprouvettes (Figure V.8 et V.9)

confirment qu'il y'a un phénomène chimique qui se déroule lors du vieillissement hygrothermal. Les analyses des spectres FT-IR permettront plus tard d'analyser les phénomènes chimiques qui ont lieu lors du vieillissement des éprouvettes.

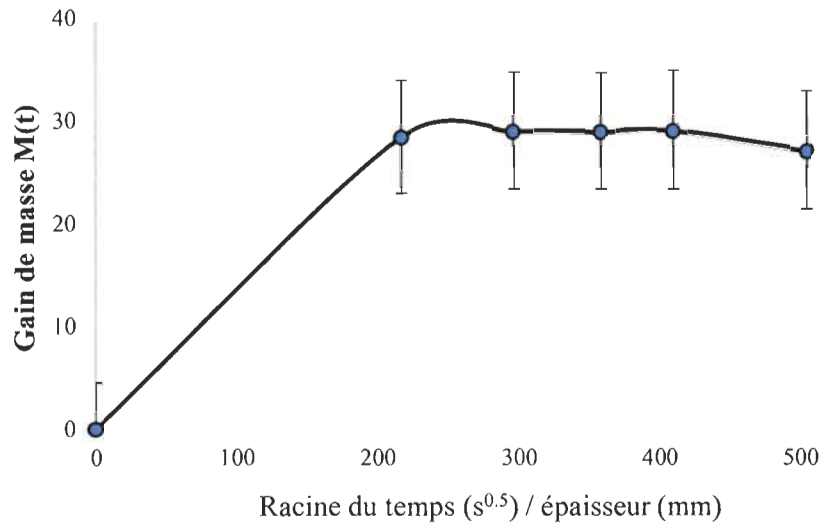


Figure V.6. Courbe d'évolution de la masse en fonction de la racine du temps sur l'épaisseur des 25 éprouvettes

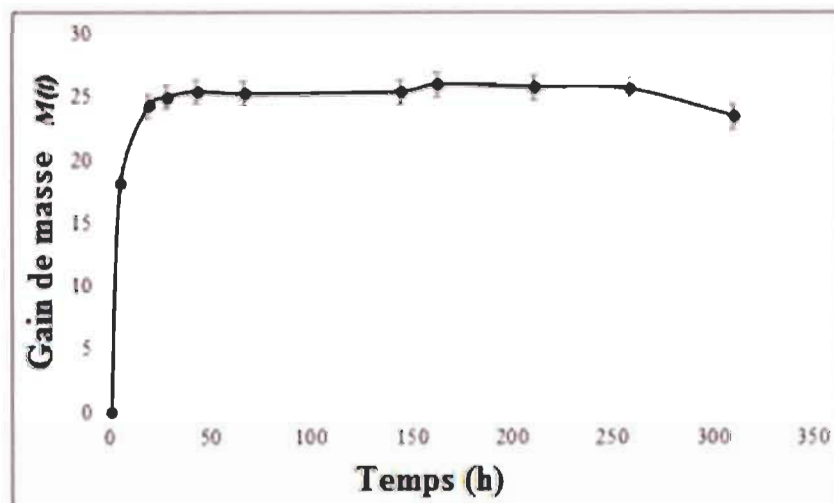


Figure V.7. Évolution de l'absorption d'eau des échantillons FEH vieillis à 60°C en fonction du temps des 5 nouvelles éprouvettes



Figure V.8. Échantillons FEH vieillis dans le bain thermal

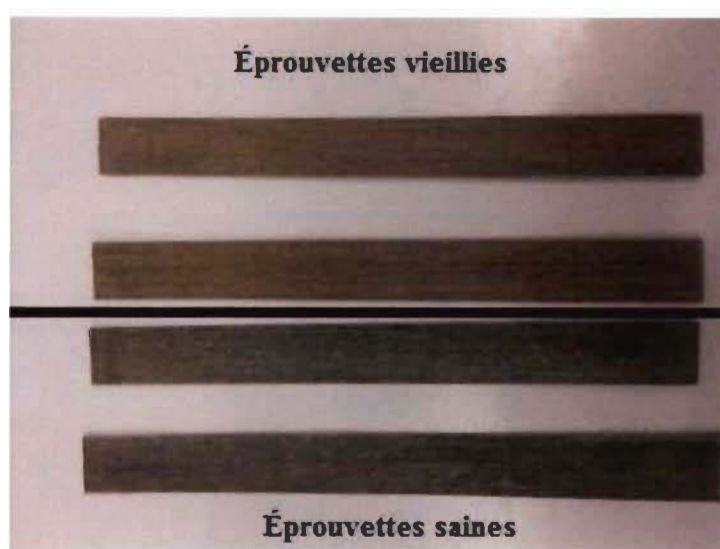


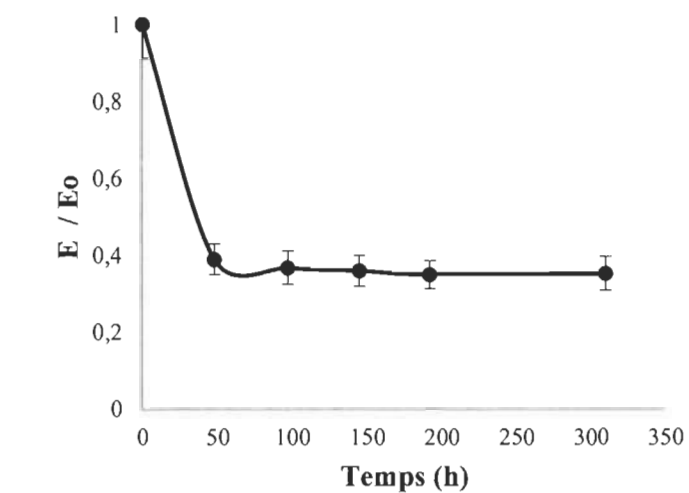
Figure V.9. Exemple d'échantillons vieillis et non vieillis

#### V.3.1.2. Effet du vieillissement hygrothermal sur les propriétés mécaniques

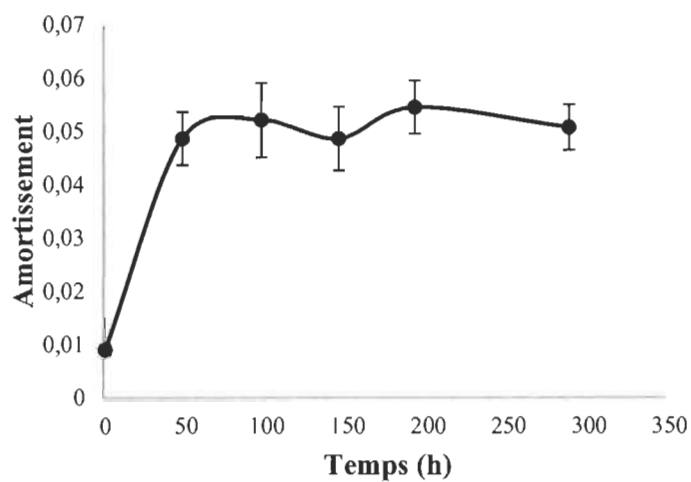
Les mesures préalables des dimensions des éprouvettes vieilles pour les tests d'impulsion acoustiques montrent une augmentation de l'épaisseur de l'échantillon. Ce gonflement peut affecter la structure interne de l'échantillon et par conséquent dégrader leurs propriétés mécaniques. Les éprouvettes vieilles ont donc été soumises au test non destructif d'impulsion acoustique afin de mesurer l'évolution de leurs propriétés mécaniques durant le vieillissement. En effet, toute modification d'une structure (endommagement ou vieillissement) peut entraîner la modification des propriétés vibratoires (fréquence de résonance, l'amortissement), les mesures par impulsion acoustique peuvent donc être utilisées comme indicateur du vieillissement d'un

matériau. Les figures V10.a. à V10.c montrent respectivement l'évolution de module, du damping (l'amortissement acoustique) et de la fréquence de résonance des éprouvettes vieilles. On y observe une perte rapide du module et de la fréquence au début du vieillissement. Le module diminue de 40% de sa valeur initiale. Cette décroissance est suivie d'un plateau signe de la saturation des éprouvettes. L'amortissement par contre augmente au cours du vieillissement jusqu'à se stabiliser. L'augmentation de l'amortissement révèle la création de l'endommagement par la diffusion dans le matériau.

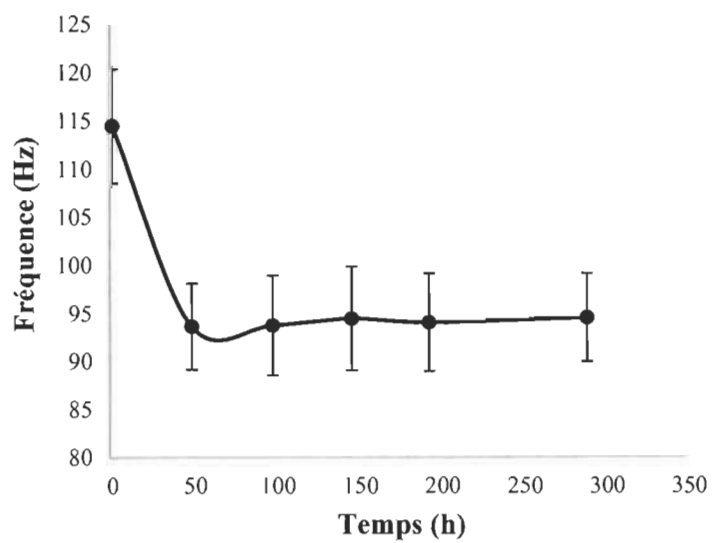
Après la phase de saturation, les éprouvettes vieilles ont été préalablement séchées pour subir des essais de traction. La Figure V.11 et la Table V.2 illustrent la perte de la rigidité (pente de la courbe contrainte-déformation) après vieillissement des éprouvettes. L'absorption de l'eau a donc affaibli la rigidité du matériau. La déformation quant à elle a augmenté. L'absorption et la diffusion de l'eau auraient donc permis au matériau de se déformer plus facilement qu'une éprouvette non vieilles. En effet, la diffusion des molécules d'eau à travers les microvides et les sites génère un phénomène de plasticité des constituants polymères au sein du matériau ce qui peut donc augmenter la déformation à la rupture du matériau. L'augmentation de la déformation à la rupture est associée dans la littérature au phénomène de plastification des fibres [91, 92]. Le comportement mécanique similaire des stratifiés FEH vieilles a aussi été observé par plusieurs auteurs [14, 92-94] sur d'autres configurations du composite lin/époxy. On constate par contre que la contrainte à la rupture semble être très peu influencée par le vieillissement. Elle a tendance à même légèrement augmenter ce qui n'est pas un comportement habituel observé lors du vieillissement d'un CFN. Les observations microstructurales et chimiques qui vont être effectuées permettront d'analyser en détail sur ce phénomène et de faire un lien entre l'évolution des propriétés mécaniques et les propriétés physiques et chimiques du matériau.



a)



b)



c)

Figure V.10. Évolution des paramètres d'impulsion acoustique en fonction du temps : (a) module, (b) Amortissement, (c) fréquence (c)

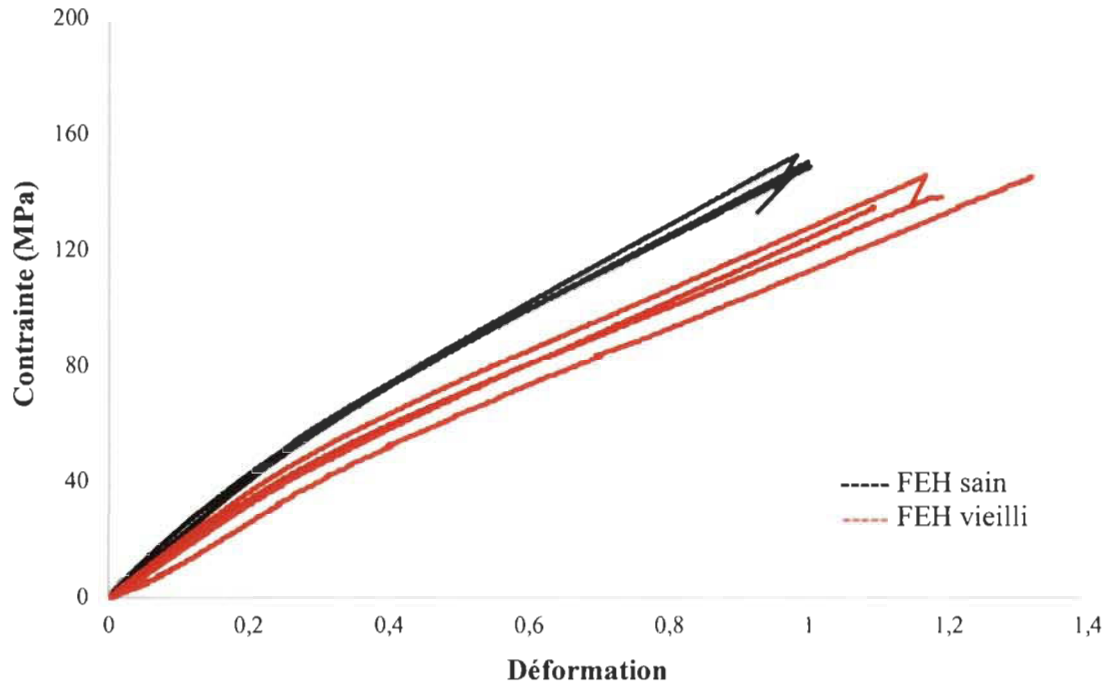


Figure V.11 Courbe contrainte déformation FEH sain (noir) et FEH vieilli (rouge) [95]

Table.V.2. Propriétés mécaniques des échantillons sains et vieillis

	FEH Sain			FEH Vieilli		
	$E$ (GPa)	$\sigma_r$ (MPa)	$\varepsilon_r$ (%)	$E$ (GPa)	$\sigma_r$ (MPa)	$\varepsilon_r$ (%)
1	20,38	152,65	0,98	17,07	138,74	1,19
2	20,29	150,52	1,00	14,15	145,79	1,32
3	18,83	132,61	0,89	16,67	135,63	1,09
4	20,07	148,93	1,00	17,15	159,46	1,22
5	18,62	143,05	1,00	18,07	146,20	1,17
<b>Moyenne</b>	19,64	145,55	0,98	16,62	145,16	1,20
<b>Ecart-type</b>	0,76	7,21	0,04	1,48	9,19	0,08
<b>COV</b>	3,85	4,96	4,38	8,88	6,33	6,90

#### V.3.1.3. Effet du vieillissement hygrothermal sur les propriétés physiques et chimiques

La Figure V.12 illustre les images obtenues par microscopie électronique à balayage (MEB) sur une coupe transversale d'un échantillon FEH sain et vieilli. On peut observer une forte dégradation de l'interface fibre/matrice au niveau des échantillons vieillis (marqués en flèches rouges sur l'image). Ces images montrent que l'endommagement causé par la diffusion de l'eau



se retrouve plus à l'interface fibre/matrice. Du fait de la forte proportion de fibres au sein de ce matériau, les éprouvettes FEH ont tendance à absorber une quantité assez importante d'eau qui génère un phénomène de gonflement. Le gonflement qui est un phénomène physique génère des contraintes résiduelles à l'interface fibre/matrice qui engendre par la suite une décohésion fibre/matrice qui est le maillon faible du composite.

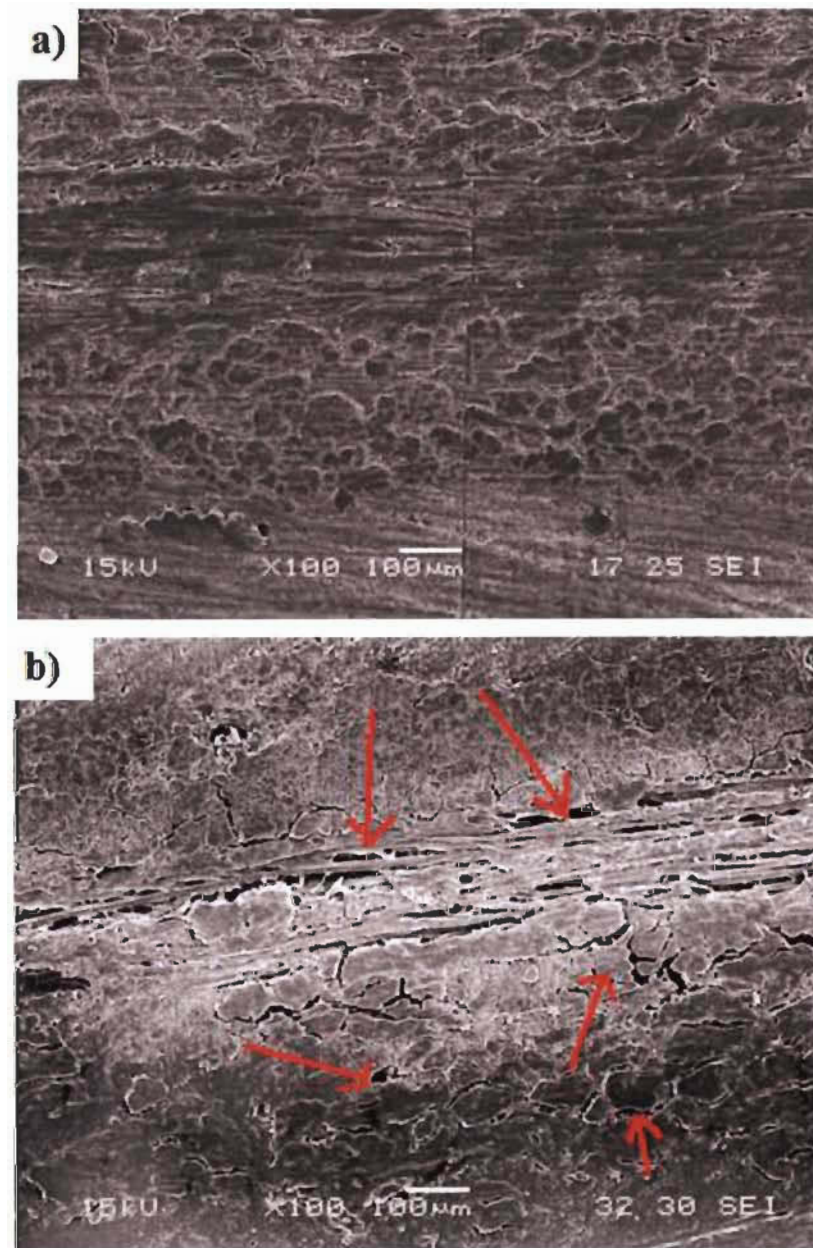


Figure V.12. Image MEB des échantillons FEH sains a) et vieillis b)

L'influence de l'eau sur la composition chimique des échantillons FEH a été aussi analysée par la spectroscopie FT-IR. La Figure V.13 illustre les spectres FT-IR des échantillons FEH sains,

vieillis ainsi que du préimprégné « prepeg ». Les principaux pics d'absorption communs pour ces trois échantillons ont été observés autour de la bande d'absorption de  $3000\text{ cm}^{-1}$  à  $3700\text{ cm}^{-1}$  caractéristique du groupement hydroxyle (OH) [96]. Une autre bande de  $2800\text{ cm}^{-1}$  à  $3000\text{ cm}^{-1}$  du groupement amine (N-H). Les positions et les intensités d'absorption de ces deux bandes sont typiques à la cellulose. Le pic observé à  $1730\text{ cm}^{-1}$  correspond au groupement carbonyle (C=O) de l'hémicellulose. La bande autour de  $1600\text{-}1650\text{ cm}^{-1}$  est caractéristique de la pectine [97]. Les spectres des échantillons sains et du préimprégné sont presque identiques. Par contre on observe quelques variations du spectre au niveau des échantillons vieillis. On observe un affaiblissement de la bande autour de  $3400\text{ cm}^{-1}$  signe de l'oxydation du groupement hydroxyle qui sont des sites polaires de la cellulose. Un pic autour de la bande  $2100\text{-}2200\text{ cm}^{-1}$  qui est caractéristique de la vibration des groupements nitrile ( $\text{-C}\equiv\text{N-}$ ) [98-100] ne s'observe plus au niveau du spectre des échantillons vieillis. La disparition de cette bande peut s'expliquer par l'hydrolyse de ce composant après le vieillissement hygrothermal. On sait que l'hydrolyse des groupements nitriles se produit généralement à chaud et pendant une longue durée. Le vieillissement hygrothermal effectué durant cet essai constitue donc un milieu favorable pour la décomposition de ce groupement. On peut faire le lien de cette perte avec le jaunissement de l'eau observé au cours du vieillissement. Dans la littérature [100, 101], les groupements nitriles sont essentiellement utilisés pour traiter la surface des fibres par une technique appelée cyanoéthylation afin d'améliorer la bonne adhésion entre la matrice époxy et les fibres naturelles et aussi de baisser l'hydrophilie des fibres. C'est la cellulose qui réagit le plus souvent avec le groupement nitrile (issu des composés acrylonitrile) pour former cyanoéthylcellulose [102]. Les études de Rong et al. [100] ont montré que le traitement des fibres de sisal par cyanoéthylation améliore la rigidité en flexion des fibres sisal, mais dégradent les propriétés mécaniques en traction (module et contrainte) du matériau. Ils lient cette dégradation en traction à la dégradation de cristallinité de la cellulose après le traitement des fibres. La disparition par hydrolyse de cette liaison après vieillissement lin/époxy pourrait donc favoriser une recristallisation de la partie amorphe de la cellulose qui est la zone la plus favorable aux réactions chimiques. Ce processus de recristallisation pourrait expliquer la légère augmentation de la contrainte à la rupture. La présence simultanée des deux phénomènes antagonistes que sont le gonflement et la cristallisation pourrait expliquer le comportement mécanique observé sur ce matériau après vieillissement, à savoir une baisse de la rigidité et la légère augmentation de la contrainte à la rupture. Ce comportement va être abordé plus en détail

dans le cadre de l'étude du vieillissement hygrothermal cyclique afin de voir l'influence à long terme de l'hydrolyse sur le comportement de ce matériau.

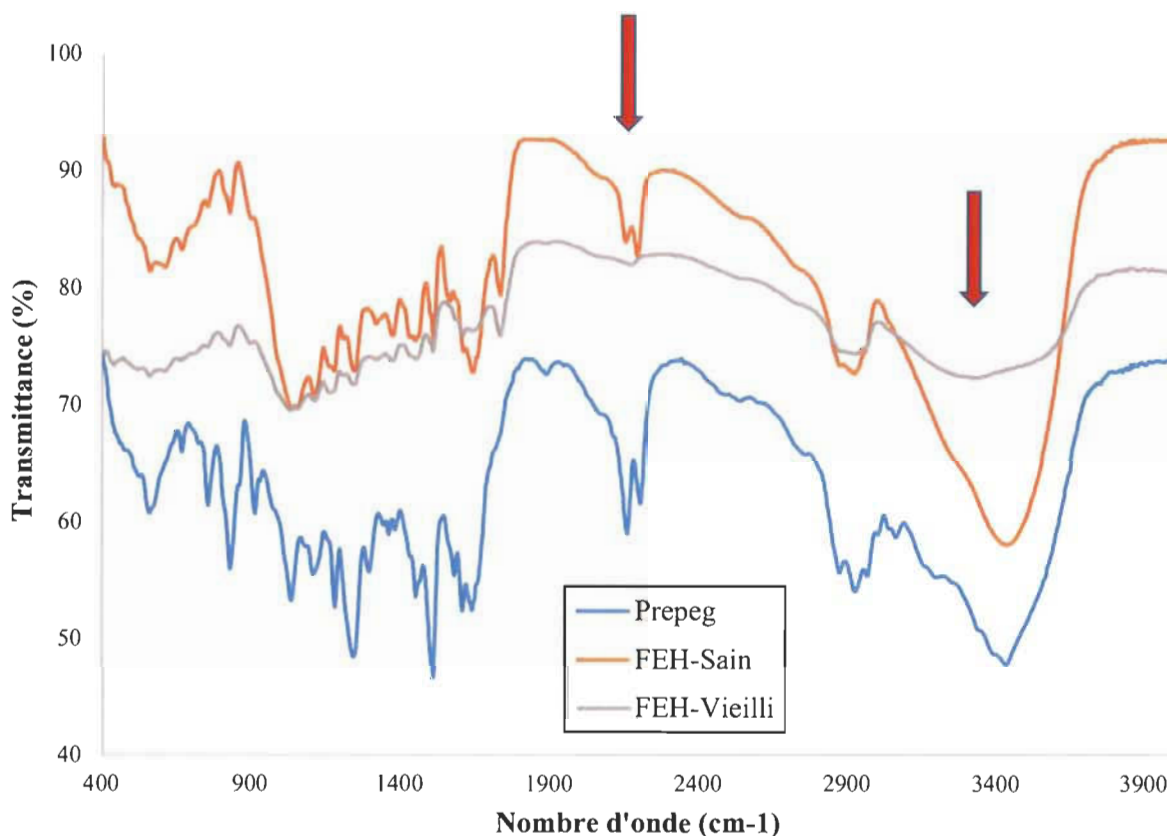


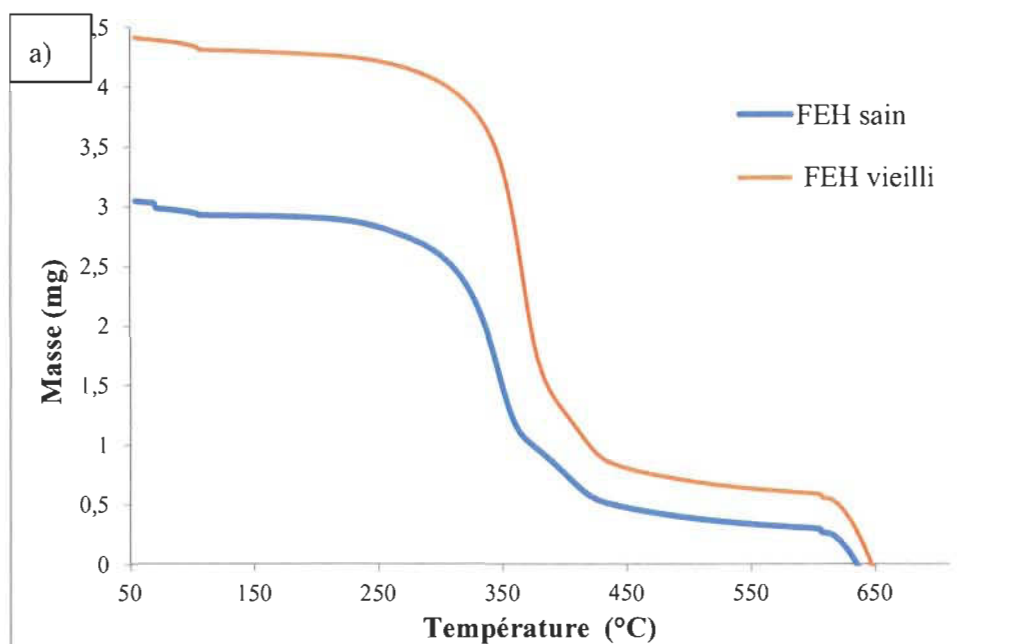
Figure V.13. Spectres FTIR du « prepeg » des éprouvettes FEH saines et vieilles

#### V.3.1.2. Effet du vieillissement hygrothermal sur les propriétés thermiques

Les analyses thermogravimétriques ont été réalisées sur les échantillons sains et vieillis afin de comparer leurs propriétés thermiques. La figure V.14.a. et b. montrent les thermogrammes TGA et DTG des échantillons FEH sains et vieillis. La dégradation débute à 50°C jusqu'à atteindre une température maximale de décomposition de 650°C. La décomposition thermique du FEH montre trois stades décomposition : de 50 à 100°C, de 250°C à 360°C et  $\geq 500^\circ\text{C}$ . La première région qui commence de 50°C à 100°C est associée à l'évaporation de l'eau et de certains constituants volatiles au sein du matériau [89]. On observe une certaine stabilisation de la masse jusqu'à 300°C. Au-delà de cette température, on observe une seconde région dont le pic est à 350°C. Cette région est liée à la dégradation des fibres, surtout à la dépolymérisation des hémicelluloses,

des pectines, de la cellulose et de la lignine respectivement [103]. La région au-delà de 550°C est associée à la dégradation complète de la résine époxy.

La comparaison des échantillons sains et vieillis montre une augmentation de la température de 5°C du pic associé à la fibre après vieillissement. Cette augmentation de la température de dégradation des fibres est liée à un léger gain de stabilité thermique de l'échantillon après vieillissement. En effet, le traitement qui est une modification chimique de la surface de la cellulose pourrait affecter la stabilité thermique du matériau. L'élimination par hydrolyse du nitrile et la possibilité de recristallisation des celluloses après l'hydrolyse pourraient non seulement influencer sur les propriétés mécaniques, mais aussi les propriétés thermiques du matériau.



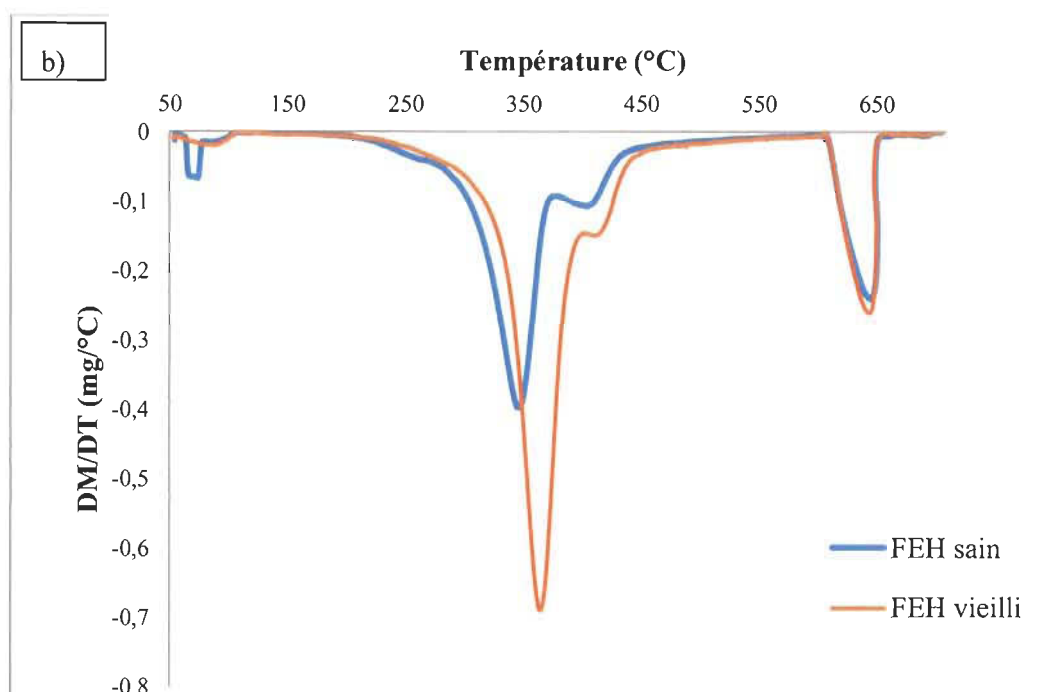


Figure V.14. Courbes thermogravimétriques (a) et DTG (b) des échantillons sains et vieillis FEH

### V.3.2. Essais thermomécaniques

La Table V.3 résume les propriétés mécaniques obtenues pour chaque niveau de température. Pour des températures en dessous de 0°C, les propriétés mécaniques ne semblent pas être affectées alors qu'on observe une dégradation significative pour des températures au-dessus de 60°C. La dégradation de la rigidité à 60°C est liée à la perte de l'humidité et du groupement nitrile au sein du composite.

Table V.3. Propriétés mécaniques des éprouvettes FEH testées à différentes températures

Température	Échantillon	$E$ (GPa)	$\sigma_r$ (MPa)	$\varepsilon_r$ (%)
-20°C	#1	20,88	175,02	1,39
0°C	#2	20,17	165,25	1,09
23°C	#sain	20,07	150,37	1,00
60°C	#3	11,92	157,6	1,57
100°C	# 4	6,7	86,95	1,22
160°C	#5	6,62	55,7	1,01



En effet, les résultats précédents obtenus lors du vieillissement hygrothermal et des analyses thermogravimétriques démontrent l'influence de la disparition de ce groupement sur les propriétés mécaniques de ce matériau. De plus, la qualité de l'adhérence entre fibre/matrice est meilleure dans un environnement humide que dans un environnement sec. Masseteau et al. [104] ont observé une diminution de la rigidité pour un composite unidirectionnel lin/époxy en milieu sec par rapport à un milieu humide.

Au-delà de 60°C, on observe une dégradation significative des propriétés mécaniques du matériau. Des analyses thermogravimétriques effectuées sur ce type de lin/époxy de LINEO NV par Khalfalla et al. [89] ont montré que ce composite fabriqué par thermocompression à sa température de transition qui tourne autour de 67°C. Au-delà de cette température, les propriétés mécaniques du matériau sont affectées du fait de la perte de la réticulation du composite. Au-delà de la température de transition, le composite se comporte comme un matériau ductile et perd ses propriétés élastiques. Plusieurs travaux réalisés sur des composites thermodurcissables et thermoplastiques renforcés de lin montrent que le module diminue au-dessus de la température de transition vitreuse [105-107].

Les analyses FT-IR confirment les affirmations précédentes ou l'on observe la présence du spectre du groupement nitrile (vers  $2200\text{cm}^{-1}$ ) à la température de -20°C alors que celle-ci commence à disparaître à 60°C (Figure V.15). Les autres spectres associés à la composition des fibres et de la matrice ne subissent aucune variation liée à la variation de la température. La variation de la température n'aurait donc aucune influence sur les propriétés chimiques des fibres ou de la matrice.

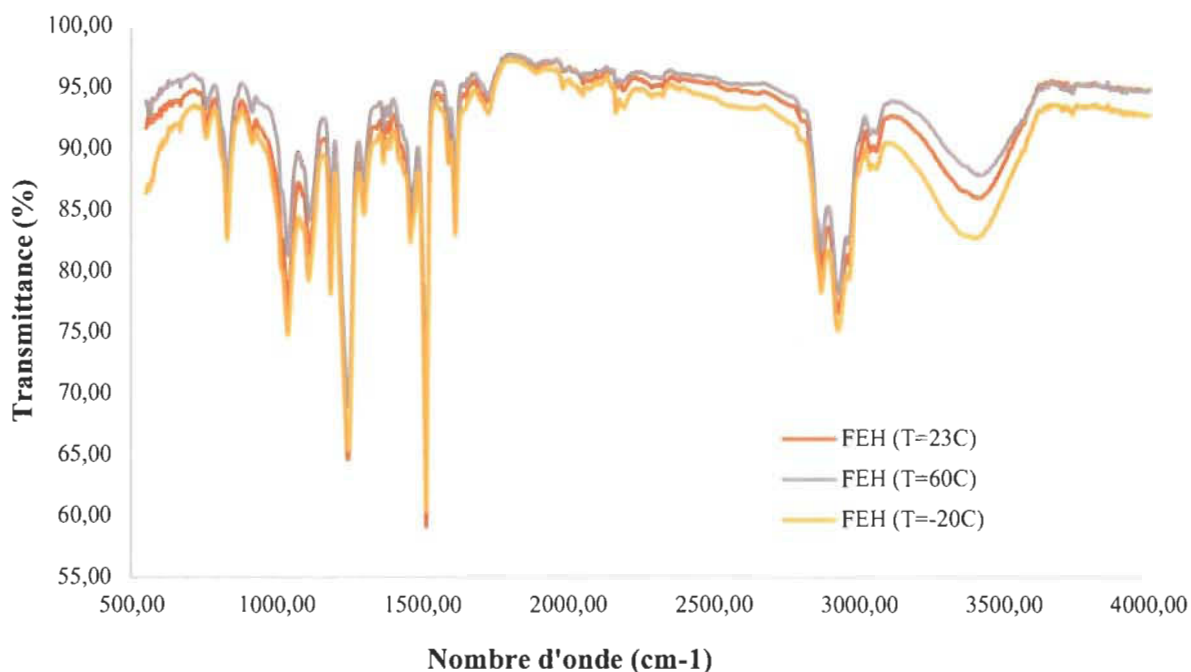


Figure.V.15. Spectres FTIR des éprouvettes soumises à des variations de température de  $T=-20^{\circ}\text{C}$ ,  $T=23^{\circ}\text{C}$  et  $T=60^{\circ}\text{C}$

#### V.4. Conclusion

Au cours de ce chapitre, les échantillons quasi isotropes FEH de lin/époxy ont été choisis pour être soumis à des vieillissements hygrothermal et thermiques. Du fait du caractère hydrophile des fibres de lin, ce matériau présente une forte sensibilité d'absorption d'eau. Cette sorption de l'eau engendre un changement au cours du temps des propriétés mécaniques. La rigidité du matériau semble être la plus affectée par le vieillissement hygrothermal. Les analyses microstructurales ont montré que l'interface fibre/matrice est la zone la plus fragilisée par le vieillissement hygrothermal. Ce type d'endommagement est lié au phénomène de gonflement dû à la forte absorption d'eau. En effet la sorption abondante d'eau dans le composite engendre un gonflement des fibres qui provoque une contrainte locale en affaiblissant l'adhérence entre les fibres et la matrice. Les analyses chimiques obtenues par le FT-IR ont montré que le changement des propriétés mécaniques pourrait être lié à un phénomène d'hydrolyse de certains composants du matériau. En effet les spectres FT-IR ont montré la présence d'un groupement nitrile au sein du composite qui proviendrait du traitement chimique par cyanoéthylation des fibres de lin. Les études ont montré une influence négative de ce traitement sur la contrainte à la rupture du lin/époxy. L'élimination par hydrolyse de la fonction nitrile pourrait donc engendrer un processus de recristallisation de la cellulose qui améliorerait la contrainte à la rupture du matériau. Ces deux



phénomènes que sont le gonflement et la recristallisation influencent donc sur le comportement mécanique de ce matériau après vieillissement.

Les tests thermomécaniques ont quant à eux montré la sensibilité de ce composite à des températures élevées supérieures à la température de transition vitreuse. Ce composite lin/époxy perd donc ses propriétés élastiques au-delà de sa température de transition. La perte de l'humidité et du liant cyanoéthylène ne favorise pas non plus sa performance de rigidité pour des sollicitations en dessous de la température de transition vitreuse. Par contre les propriétés mécaniques ne semblent pas être affectées par les basses températures.

## **VI. CHAPITRE VI : COMPORTEMENT À LONG TERME**

## VI.1. Introduction

Après avoir évalué les propriétés mécaniques quasi-statiques de ce matériau, face à l'influence du vieillissement environnemental, il s'avère nécessaire de se pencher sur l'étude de son comportement à long terme et de son endommagement pour des sollicitations à long terme comme la fatigue. Ce chapitre aborde donc l'étude du comportement par fatigue mécanique et fatigue environnementale du composite quasi isotrope FEH lin/époxy. Il est essentiel de connaître non seulement la durabilité mécanique en fatigue de ce composite, mais également sa durabilité face à l'absorption cyclique d'eau du fait de la forte sensibilité des fibres avec l'eau. Des tests de fatigue mécanique et de vieillissement cyclique ont donc été effectués pour évaluer la durabilité de ce matériau. Les mécanismes d'endommagement au cours de la durée vie ont été suivis à travers différentes techniques. La figure VI.1 illustre le diagramme des démarches expérimentales abordées dans ce chapitre. Un volet de ce chapitre va se pencher sur l'étude du comportement mécanique en fatigue des échantillons FEH sains et vieillis et un autre volet va étudier le vieillissement cyclique de ces échantillons.

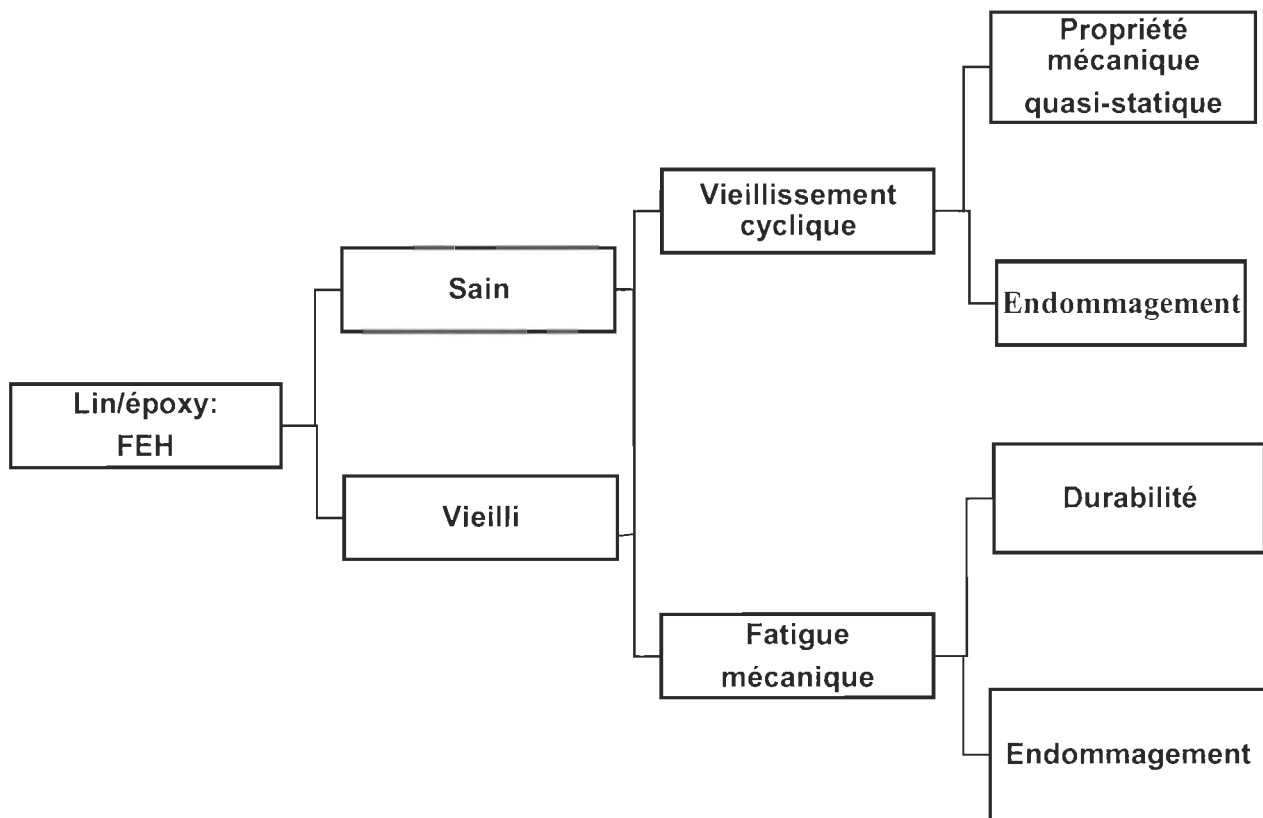


Figure VI.1. Démarches expérimentales de l'étude de la fatigue des échantillons FEH

## VI.2. Comportement en fatigue mécanique des éprouvettes saines

### VI.2.1. Méthodes expérimentales

La figure VI.2 montre l'image du dispositif d'un essai de fatigue multi instrumenté couplé avec deux capteurs d'émission acoustique (AE sensors), l'extensomètre et la caméra infrarouge (IR).

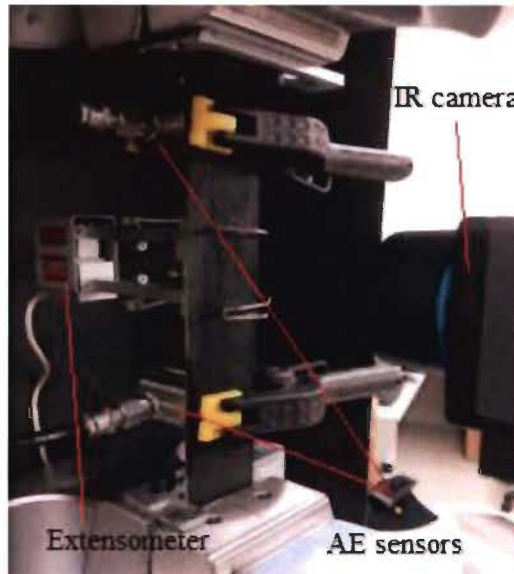


Figure VI.2. Dispositif de l'essai de fatigue couplé avec l'émission acoustique et la thermographie infrarouge

La Table VI.1 dresse un portrait des différents tests qui ont été réalisés sur chaque type d'éprouvettes. Seules les éprouvettes FEH ont subi des tests de fatigue couplés avec des essais non destructifs comme la thermographie infrarouge (TIR) et l'émission acoustique (EA).

Table VI.1. Les différents tests à réaliser en fatigue mécanique

Fatigue mécanique				
Échantillon	Nombre d'éprouvettes	Vieillessement	TIR	EA
FEH	20	Non	Oui	Oui
FEH	20	Hygrothermal	Oui	Oui

Les essais de fatigue ont été réalisés sur une machine servohydraulique MTS 809 de cellule de charge de capacité de 100kN tout en respectant la norme ISO 13003. Les paramètres essentiels des tests de fatigue (Table VI.2) ont été choisis en fonction de certains critères définis. Le choix de la faible fréquence de 5 Hz permet d'éviter tout effet secondaire dû essentiellement à l'autoéchauffement du composite lin/époxy. Le choix de 5 Hz est issu de la recherche de Liang

[43] sur la fatigue du composite lin/époxy. Le test a été piloté en force pour assurer le niveau de contrainte constant. Le rapport de charge est de 0,1 ce qui permet d'assurer un chargement traction-traction tout en évitant la possibilité d'un flambage de l'éprouvette. Les essais de traction sur les échantillons FEH sains et vieillis ont permis de déterminer les amplitudes du niveau de chargement. Le niveau de charge est de 0,4 à 0,8 fois la contrainte ultime à la rupture (UTS). Le critère d'arrêt en cas de non-rupture de l'éprouvette a été fixé à 2 millions de cycles au lieu d'un million afin d'avoir une meilleure estimation de la vie du composite. Jusqu'à 4 éprouvettes ont été testées à chaque niveau. Un extensomètre a été couplé avec la machine MTS afin de mesurer de façon précise le déplacement de l'éprouvette lors de l'essai, ce qui a permis d'avoir une meilleure acquisition des boucles d'hystérésis. La cinétique de l'endommagement a été suivie grâce aux paramètres de la courbe d'hystérésis comme la déformation minimum, l'énergie dissipée, le module sécant, le module tangent ou le module en fatigue permet de faire l'analyse de l'évolution du dommage par fatigue. Le module sécant est la pente reliant le point le plus haut et le point le plus bas de la boucle d'hystérésis. Il caractérise le module élastique du cycle en cours. Le module en fatigue est défini comme étant le rapport de la contrainte maximum de la boucle sur la déformation maximum. Le module tangent représente la tangente d'une partie de la montée de la boucle d'hystérésis la tangente. L'énergie dissipée est l'aire à l'intérieure de la boucle hystérésis Cette pente prend en compte la déformation résiduelle cumulée et la rotation du module sécant. Cela caractérise l'histoire de chargement de l'échantillon. Ces différentes variables sont résumées sur la Figure VI.3. Les résultats de la performance en fatigue du matériau sont regroupés au sein de la courbe S-N (contrainte-Nombre de cycle).

Table VI.2. Paramètres choisis pour les essais de fatigue

Paramètres	Valeur	Référence
<b>Température</b>	Ambiante	ISO 291
<b>Rapport de charge (R)</b>	0,1	Application visée
<b>Fréquence de chargement</b>	5 Hz	
<b>Mode de chargement</b>	Force, spectre sinusoïdal	Application
<b>Niveau de charge</b>	0,4 à $0,8\sigma_r$ avec un incrément de 0,1	ISO 13003
<b>Nombre d'éprouvettes</b>	4	ISO 13003
<b>Conditions d'arrêt</b>	$2.10^6$ cycles ou rupture	

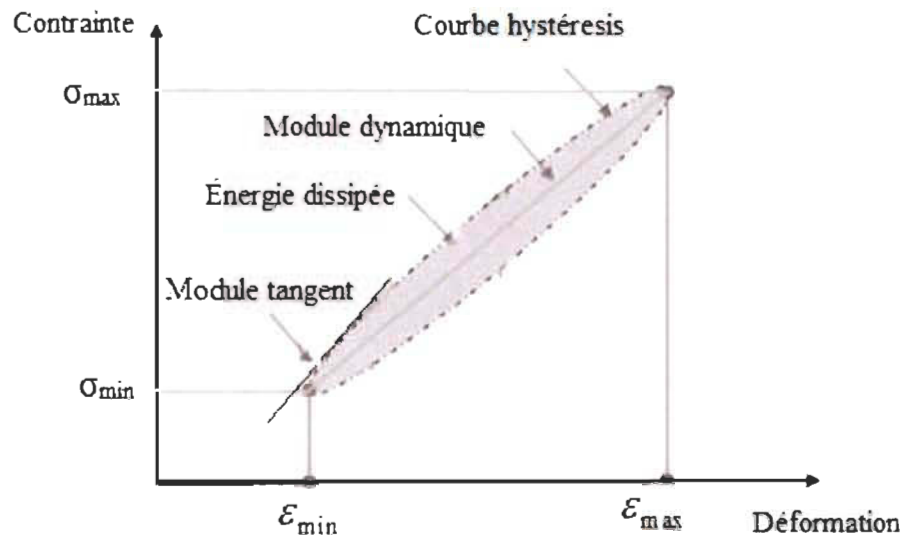


Figure VI.3. Identification des variables explicatives de l'endommagement sur la boucle hystérésis

#### VI.2.2. Suivi de l'endommagement

La démarche vise à comparer et interpréter les données provenant du vieillissement environnemental du lin/époxy avec les données du lot des échantillons sains. L'approche adoptée pour l'analyse de la fatigue des CFN est basée sur l'utilisation des mesures multi-instruments : tests mécaniques couplés avec des méthodes non destructives comme l'émission acoustique et la thermographie infrarouge. Plusieurs méthodes d'analyses ont été utilisées sur les données brutes recueillies sur les différents instruments. Ces analyses nous permettront d'identifier le critère qui explique l'endommagement par fatigue du lin/époxy en vue d'une possible modélisation et d'une prédiction de l'évolution de l'endommagement par fatigue de ce CFN.

#### VI.2.3. Suivi de l'endommagement par les techniques non destructives

Deux méthodes non destructives ont été utilisées : l'émission acoustique et la thermographie infrarouge. La méthode d'émission acoustique a été décrite au chapitre III. La technique de thermographie infrarouge (TIR) permet quant à elle de détecter le champ de température à la surface des éprouvettes. Ce test a été effectué à l'aide de la caméra FLIR A5. La fréquence d'acquisition est de 25 Hz (25 images/seconde) avec une résolution de la caméra de 320 x 256 pixels et une sensibilité de 0,05°C. L'émissivité du matériau a été uniformisée par l'application de fine couche de peinture noire déposée sur l'éprouvette. Un post traitement et une analyse des images ont été effectués après acquisition de la température émise grâce au logiciel de FLIR.

L'analyse détaillée de ces différentes données va permettre de faire un lien entre les mécanismes et les différents paramètres de fatigue qui peuvent expliquer l'endommagement. Après rupture des échantillons testés en fatigue, des observations optiques vont être effectuées sur les facies de rupture à l'aide d'une binoculaire et de la microscopie électronique à balayage (MEB). Ces analyses optiques vont permettre d'observer les mécanismes d'endommagement et de valider les mécanismes observés au cours des tests d'émission acoustique.

#### *VI.2.4. Résultats et discussions*

##### *VI.2.4.1. Endurance du matériau*

Les essais de traction effectués préalablement sur les éprouvettes FEH ont permis de déterminer sa contrainte ultime en traction (UTS ou  $\sigma_r$ ). Les tests de fatigue ont donc été réalisés à différents niveaux de chargement inférieurs à sa contrainte ultime (0,4 à 0,8 UTS). La figure VI.4 présente la courbe S-N des éprouvettes FEH saines. La flèche sur cette figure indique simplement que ces éprouvettes à ce niveau de chargement ont résisté à 2 millions de cycles sans se rompre. On peut constater alors que toutes les éprouvettes résistent à la rupture après 2 millions de cycles pour des faibles niveaux de charge 0,5 et 0,4 UTS. La limite d'endurance (ou le HCFS) de ce composite se situe donc au-dessus de 50% du rapport de charge (UTS). Si l'on compare ces résultats aux études de Liang qui avait utilisé les mêmes paramètres de fatigue sur les composites lin/époxy pour des orientations de  $[0]_{12} [\pm 45]_{3s}$  et  $[0/90]_{3s}$ , on constate que l'orientation quasi isotrope  $[0_2/90_2/\pm 45]_s$  a une endurance plus importante que les autres types d'orientation. Le drapage des stratifiés ou l'architecture du composite aurait donc une influence sur la performance en fatigue du lin/époxy comme ont pu le démontrer Bensadoun et son équipe [108]. Ce résultat confirme aussi la bonne performance en fatigue du lin/époxy comme l'ont observé plusieurs auteurs [71, 109-111]. On a constaté au niveau de la courbe S-N une présence de variabilité au niveau de la durée des éprouvettes. Mais cette variabilité n'est pas plus importante que celle obtenue dans la littérature. En effet, les différents travaux des auteurs cités précédemment ont même montré que la variabilité des propriétés des fibres naturelles a une influence moins significative sur la durée de vie en fatigue des CFN et que les dispersions observées au niveau de la courbe S-N sont équivalentes de celles obtenues pour la fatigue des composites à fibres synthétiques.



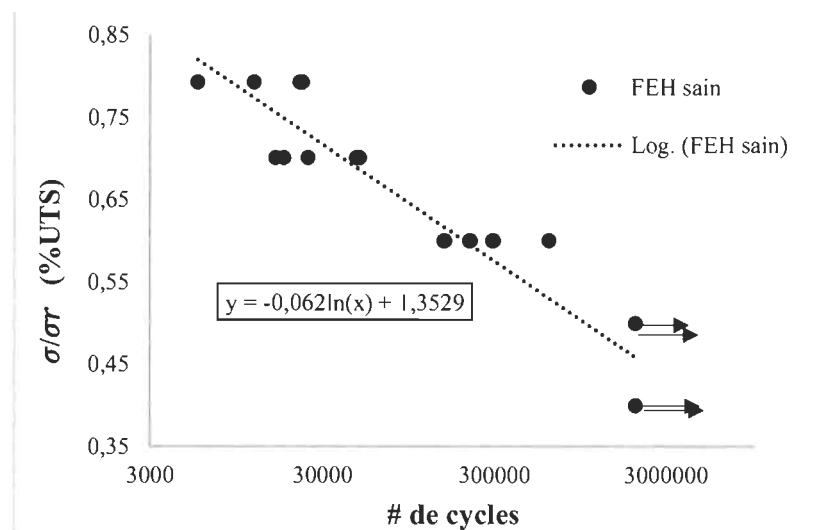


Figure VI.4 Courbes S-N (rapport de charge vs nombre de cycles) des éprouvettes FEH saines (noir)

#### VI.2.4.2. Analyse de l'endommagement en fatigue via les paramètres mécaniques

L'identification du comportement à la fatigue et de la cinétique de l'endommagement d'un matériau s'effectuent grâce à l'analyse de l'évolution de certains paramètres de fatigue comme l'énergie dissipée, la déformation maximale et minimale (résiduelle) et la rigidité [112, 113]. Ces paramètres de fatigue peuvent être déterminés grâce à la courbe de contrainte-déformation de chaque cycle qui est appelée la courbe d'hystérésis. Dans la suite de cette partie, on a analysé l'évolution de chaque paramètre de fatigue à partir des données de la force et de la déformation afin de pouvoir donner une interprétation de leur évolution tout en faisant le lien avec le cumul de dommage des éprouvettes FEH.

##### VI.2.4.2.1. Évolution de l'énergie dissipée

L'énergie dissipée pendant un cycle est définie comme étant l'aire à l'intérieur de la boucle d'hystérésis de ce cycle. Une première observation des boucles d'hystérésis du début du cycle et de la fin de cycle d'une éprouvette FEH (Figure VI.5.a et b) montre un aperçu de l'évolution de l'énergie dissipée. On pourrait apercevoir grâce à cette figure que la dissipation de l'énergie est plus importante au début cycle qu'à la fin du cycle. Plusieurs auteurs [110, 114-116] ont aussi observé cette dissipation importante au début de la fatigue. Ils attribuent ce phénomène à la création des fissures au sein du matériau et la dissipation de l'énergie à l'interface fibre-matrice. La méthode de trapèze a été utilisée pour déterminer l'énergie dissipée à certains niveaux de cycles de vie des éprouvettes

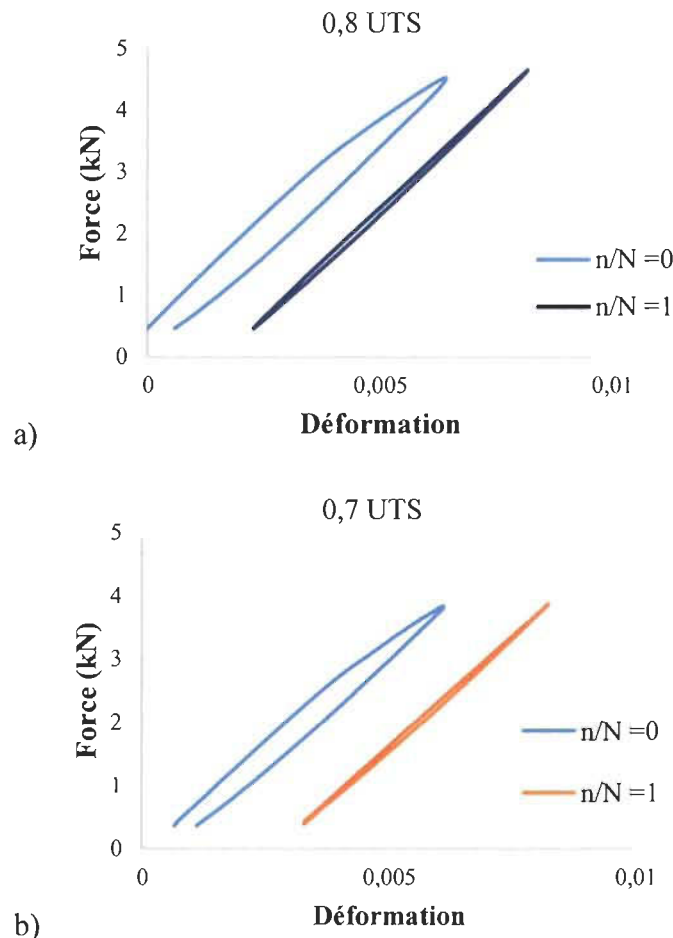


Figure VI.5. Courbes force déformation au début du cycle et à la fin du cycle pour les niveaux de charge de 0, 8 UTS (a) et 0,7 UTS (b)

La figure VI.6 illustre l'évolution non linéaire de l'énergie dissipée en fonction du rapport de nombre de cycles en cours ( $n$ ) sur le nombre de cycles à la rupture ( $N_f$ ) pour trois éprouvettes FEH saines sollicitées à 0,8 UTS. On y observe généralement une diminution non linéaire de l'énergie dissipée en deux phases : une décroissance rapide au début du cycle qui est suivi d'une phase de stabilisation. Les valeurs de l'énergie à la phase de stabilisation restent tout de même très dispersées ce qui empêche l'identification plus claire de cette phase. Ce comportement de l'énergie dissipée semble être aléatoire et problématique pour l'explication de l'évolution de l'endommagement par fatigue du matériau. L'affaiblissement de dissipation d'énergie est lié au phénomène de raidissement des fibres au cours du chargement cyclique. Il faut aussi noter la présence de dissipation d'énergie liée au frottement des fibres dans la matrice qui se produit localement, ce qui amène le comportement aléatoire de la dissipation de l'énergie pouvant entraîner une mauvaise interprétation de l'évolution de l'énergie dissipée.

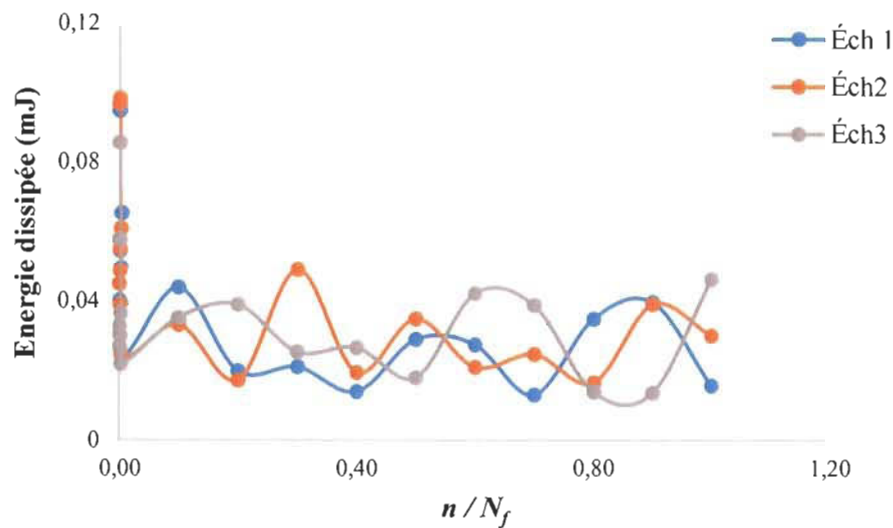


Figure VI.6. Énergie dissipée en fonction du nombre de cycles pour trois éprouvettes à niveau de chargement de 0.8 UTS

En conclusion, on constate que l'évolution de l'énergie au cours de la fatigue semble être problématique pour l'interprétation de l'endommagement en fatigue des éprouvettes FEH. Dans les processus d'endommagement par fatigue des métaux ou des fibres synthétiques par exemple cette énergie a tendance à augmenter au cours de l'endommagement au lieu de diminuer. Néanmoins, on constate que les éprouvettes subissent bien des dommages liés au chargement malgré la faible dissipation de l'énergie. Le phénomène de réalignement des fibres lors de la fatigue et le frottement des fibres dans la matrice viendraient donc influencer sur le paramètre de l'énergie dissipée. Ceci discréditerait son utilisation dans quantification de l'endommagement par fatigue de cet échantillon. Il faudrait donc envisager un critère de rupture autre que l'énergie dissipée.

#### VI.2.4.2.2. Évolution des déformations

La Figure VI.7 illustre à titre d'exemple l'évolution de la boucle d'hystérésis à différents temps de cycles d'une éprouvette FEH saine sollicitée en fatigue. On peut donc observer un décalage des boucles vers les grandes déformations au fur et à mesure que les cycles augmentent. Ce comportement montre la présence d'une déformation permanente qui s'accumule durant l'essai jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Cette figure montre aussi une faible dissipation d'énergie pour des nombres de cycles élevés avec une légère augmentation de la pente de la boucle d'hystérésis. La forme quasi-linéaire des boucles d'hystérésis démontre un comportement viscoélastique des éprouvettes. Dans ce contexte, les déformations caractéristiques (la déformation maximale, minimale ou résiduelle) ont donc été analysées pour les différentes éprouvettes soumises au test de fatigue.

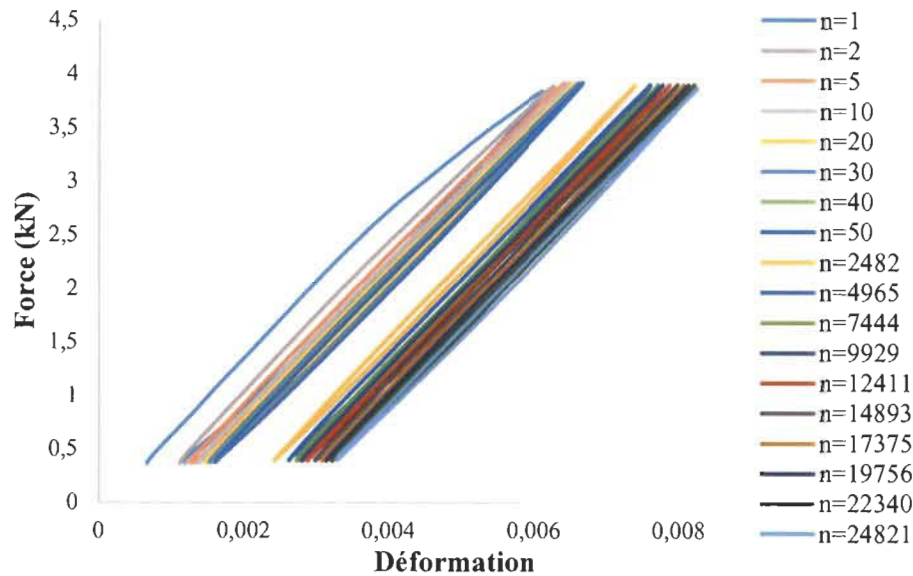


Figure VI.7. Courbe hystérésis de FEH sain à 0,7 UTS

Les figures VI.8 et VI.9 matérialisent respectivement l'évolution des déformations minimales et maximales en fonction du ratio de la durée de vie. On observe la même tendance d'évolution en deux phases pour les trois déformations. La première phase est caractérisée par une montée rapide non linéaire formant une concavité au début du chargement. Cette phase est suivie d'une évolution lente linéaire, moins prononcée jusqu'à la rupture des éprouvettes. On observe aussi une augmentation de l'évolution des déformations lorsque le niveau de charge est augmenté. La pente de la déformation à la deuxième phase semble beaucoup plus prononcée pour les éprouvettes soumises à une contrainte de charge plus élevée. On attribue généralement l'augmentation de la déformation durant la fatigue à la combinaison de deux phénomènes majeurs qui sont le comportement visco-elasto-plastique et l'endommagement des fibres et de la matrice. Le chargement par fatigue d'une éprouvette est considéré par différents auteurs comme étant une combinaison de charge statique permanente induisant un effet de déformation plastique puis d'une charge sinusoïdale générant des fissures [43, 112]. Ceux-ci amènent avec le temps la déformation irréversible et l'endommagement de l'éprouvette. Dans le cas des éprouvettes FEH, le phénomène lié à la déformation plastique peut être négligé à cause du comportement viscoélastique de ce matériau. Le chercheur El Sawi et son équipe [71] ont récemment démontré la dépendance entre l'évolution de la déformation et l'endommagement pour des laminés de  $[0]_{16}$  et  $[\pm 45]_{3S}$  du lin/époxy. La réorientation des fibres au sein de la matrice suivant la direction de chargement pourrait être à l'origine des fissurations observée au début des cycles par ces auteurs. Ces différentes observations montrent que l'évolution de la déformation au cours de la fatigue

peut contenir des informations sur le cumul de dommage en fatigue des éprouvettes FEH. Une étude plus approfondie sera réalisée par la suite afin de faire un lien entre l'évolution de la déformation le cumul de dommage par fatigue des éprouvettes FEH

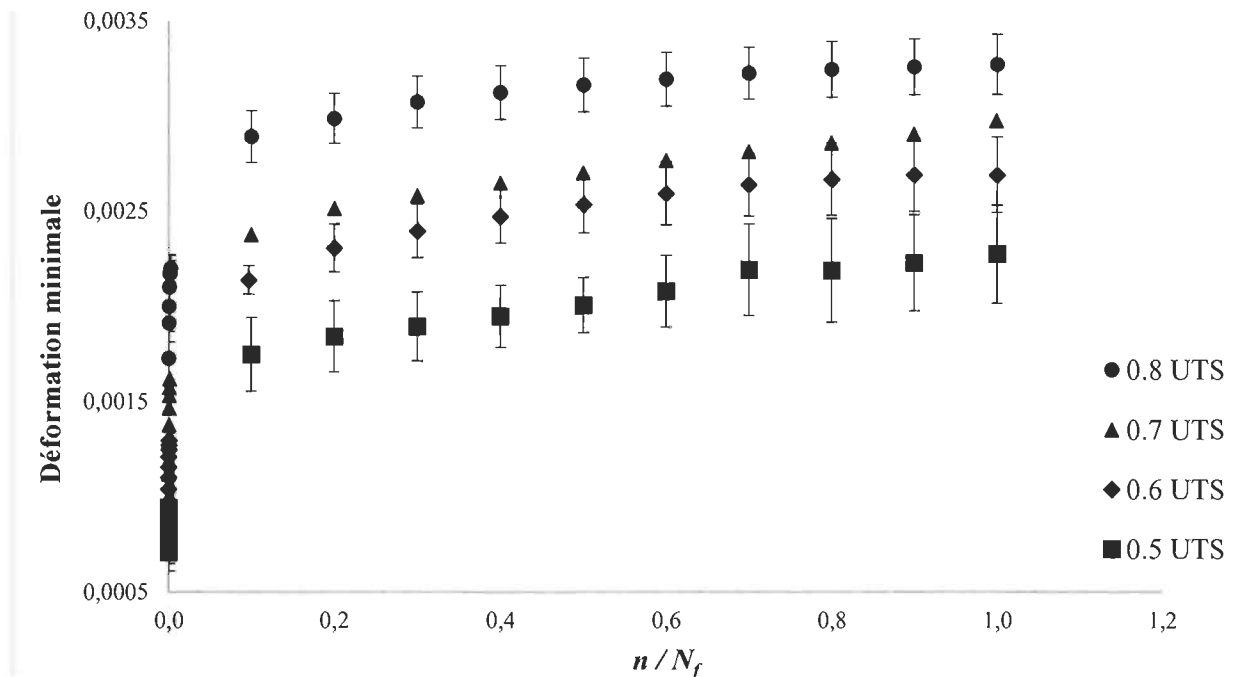


Figure VI.8. Évolution de la déformation minimale en fonction du rapport de cycles pour quatre éprouvettes à chaque niveau de chargement

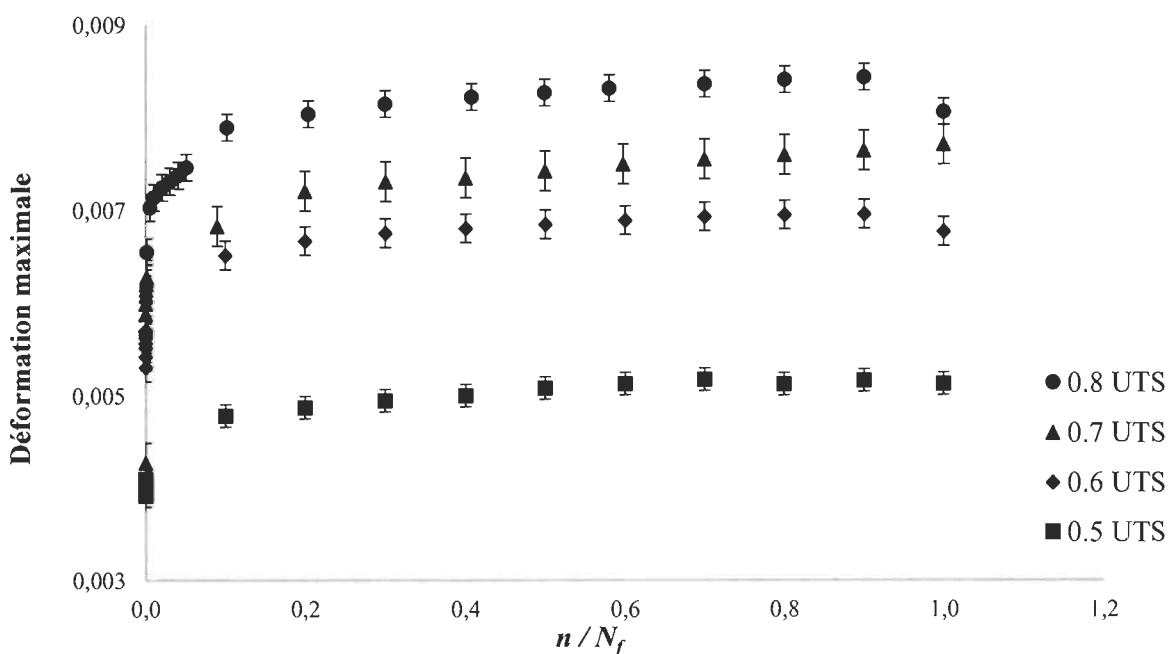


Figure VI.9. Évolution de la déformation maximale en fonction du rapport de cycles pour quatre éprouvettes à chaque niveau de chargement

#### VI.2.4.2.3. Évolution de la rigidité

L'évolution des modules au cours de la fatigue a été évaluée en déterminant le coefficient des différentes pentes de la boucle d'hystérésis pour chaque cycle. Une première observation de l'évolution de cette boucle (voir Figure VI.7) semble montrer une légère variation des pentes au début des cycles suivi d'une stabilisation. Pour vérifier cette observation, on a évalué le changement de rigidité en déterminant l'évolution des modules caractéristiques de la fatigue (module sécant, module tangent, module de fatigue) pour différents cycles.

Les courbes d'évolution du module sécant des éprouvettes FEH ont été résumées sur la Figure VI.10. On y observe 3 phases d'évolution : une augmentation du module au début du cycle suivi par une phase de stabilisation et d'une dernière phase marquée par une baisse du module avant la rupture. On peut constater que le module tangent (Figure VI.11) suit aussi la même tendance d'évolution que le module sécant. D'ailleurs, les valeurs de ces deux modules semblent être proches l'une de l'autre à cause de la linéarité des boucles d'hystérésis. L'augmentation de ces modules au début du cycle semble être paradoxale du fait qu'on sait que le phénomène de fatigue génère une dégradation des propriétés mécaniques de rigidité. Ce phénomène est à l'inverse du comportement qu'on observe généralement dans la littérature à propos des composites à fibres synthétiques. L'augmentation du module au début des cycles a été également observée par plusieurs auteurs pour les études sur la fatigue des CFN [117]. Liang [43] ainsi que d'autres auteurs [4, 111, 118] expliquent ce phénomène par la rigidification des composites dans la direction des fibres. On assiste donc à un redressement des microfibrilles, sous l'effet de chargement dynamique, dans la direction du chargement ( $0^\circ$ ), ce qui entraînerait un phénomène de raidissement du matériau [118-120]. D'autres auteurs attribuent ce phénomène de raidissement à la déformation viscoplastique des celluloses amorphes qui augmenterait la cristallinité des fibres et par conséquent les propriétés des fibres et du composite [121].

À la deuxième phase, on peut constater une stabilisation des deux modules durant l'évolution de la fatigue. À cette étape on pourrait songer à une certaine compensation du phénomène de raidissement et de l'endommagement des éprouvettes. En effet, la présence des deux phénomènes antagonistes qui sont la rigidification du matériau due au réalignement des microfibrilles et l'endommagement par fatigue pourraient engendrer une évolution des caractéristiques des deux modules. La phase finale est marquée par une baisse de ces deux modules suggérant ainsi plus de dommages que de raidissement dans le matériau.

On peut aussi noter l'influence du niveau de charge sur les valeurs des modules tangents et sécants. Ces deux modules augmentent avec le niveau de charge. Le gain de module augmente de 2 à 5% lorsque les éprouvettes sont testées de 0,4 à 0,8 UTS.

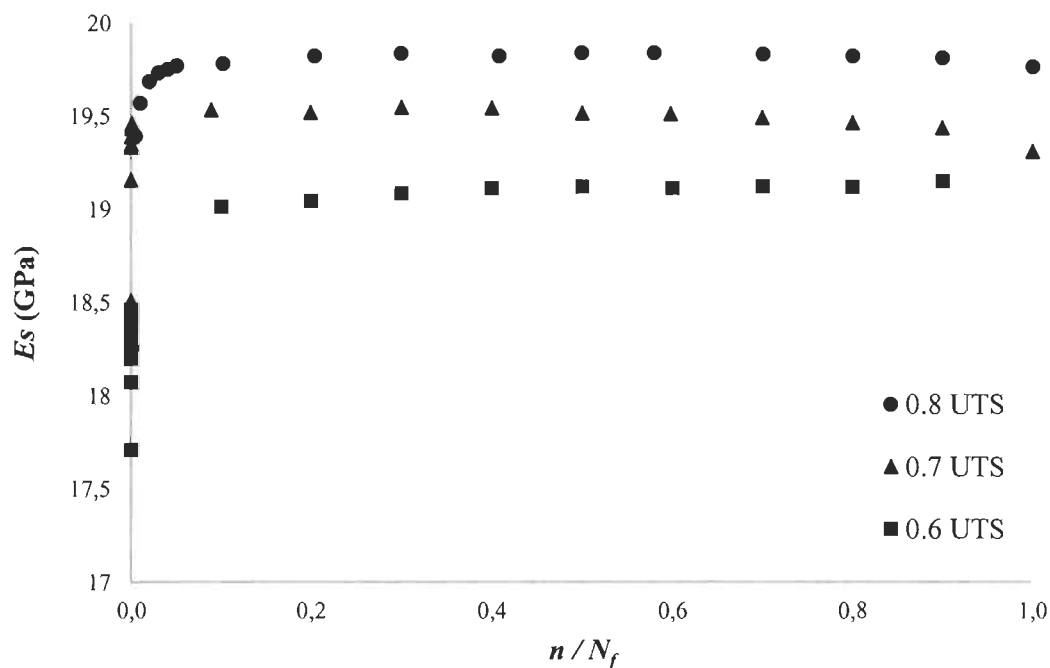


Figure VI.10. Évolution du module sécant en fonction du rapport de cycle pour une éprouvette à chaque niveau de chargement

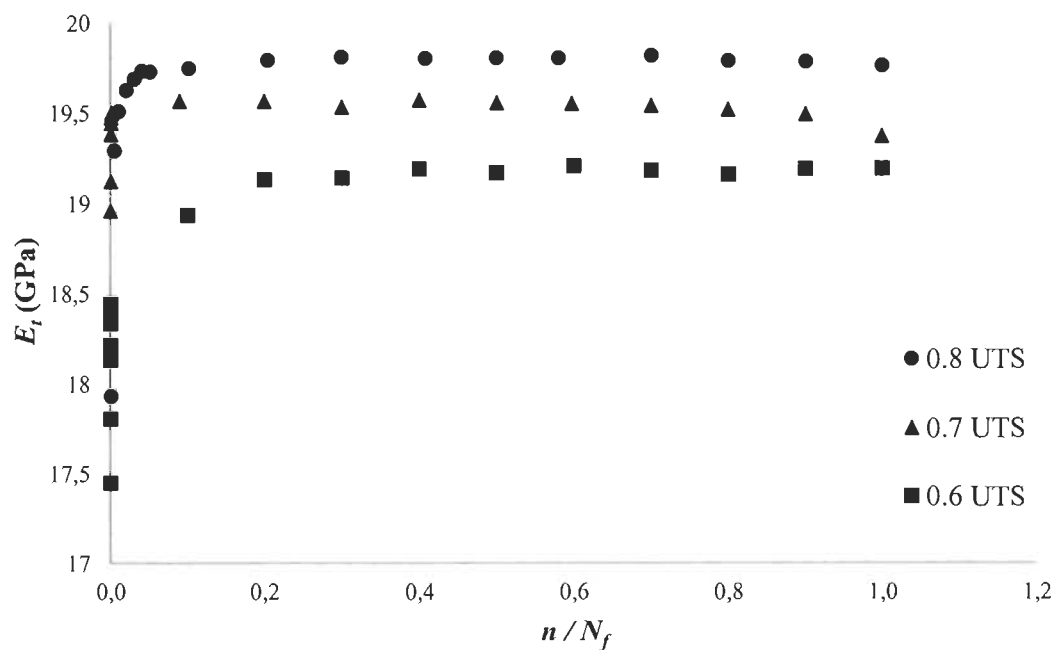


Figure VI.11. Évolution du module tangent en fonction du rapport de cycle pour une éprouvette à chaque niveau de chargement



Ce qui ressort de cette étude de l'évolution des modules tangents et sécants est que ces deux propriétés ne peuvent pas expliquer adéquatement l'endommagement par fatigue des éprouvettes FEH. Cela est surtout dû à l'influence des deux effets antagonistes que sont le raidissement et le cumul de dommage. Ces deux phénomènes ont un impact direct sur les valeurs de ces deux modules. Ces deux paramètres de fatigue qui sont généralement utilisés pour expliquer l'endommagement par fatigue pour les fibres synthétiques ne peuvent donc pas être utilisés dans le cas des CFN. Il faudrait donc envisager un critère d'endommagement basé sur d'autres paramètres de fatigue pour expliquer l'endommagement du composite.

L'évolution du module de fatigue en fonction du rapport de cycle a été illustrée sur la Figure VI.12. On y observe une baisse chronologique de ce module suivant trois phases. La première phase est caractérisée par une chute rapide de ce module qui illustre le début de la création des microfissures au sein du matériau. On a ensuite la seconde phase plus longue durant laquelle le module décroît plus lentement. Cette phase représente à peu près 90% de la durée de vie du matériau. La dernière phase est caractérisée par une chute brutale du module qui amène à la rupture du matériau. De plus, on observe une augmentation de ce module en fonction de la charge appliquée.

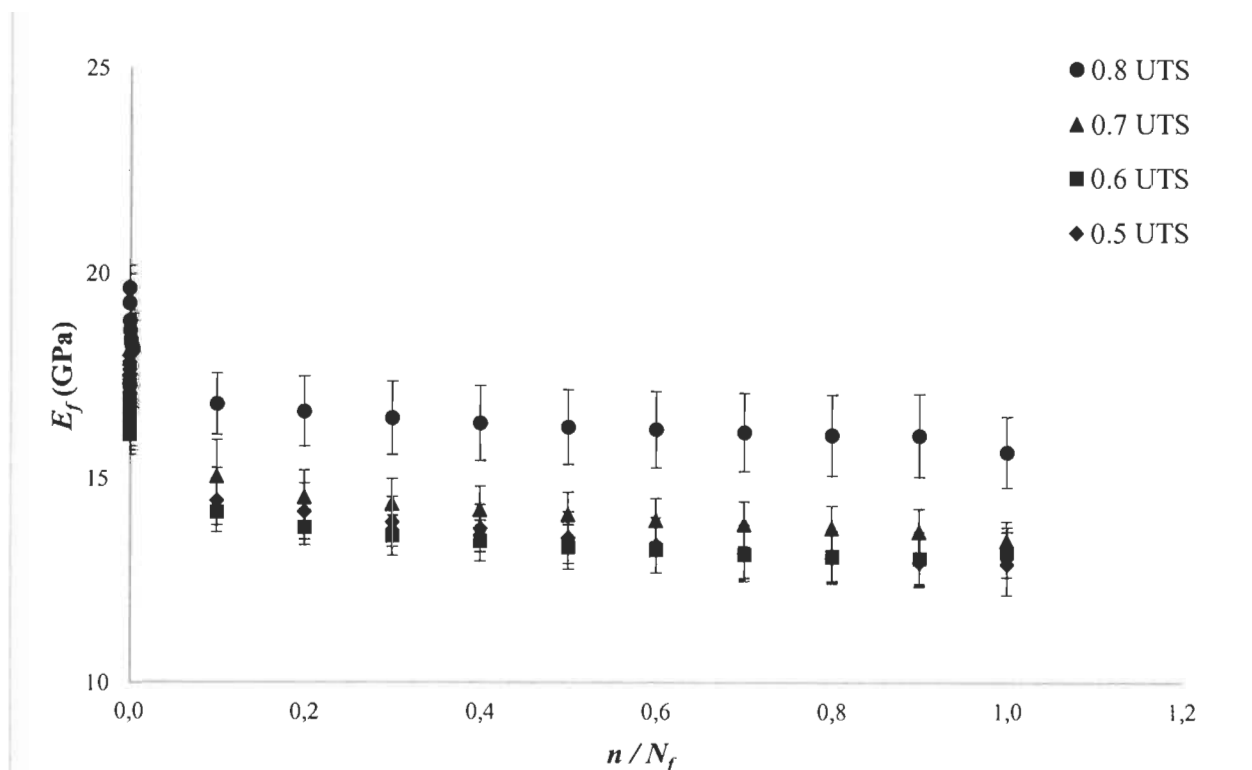


Figure VI.12. Évolution du module de fatigue en fonction du rapport de cycle

L'évolution du module de fatigue semble être en accord avec l'évolution de l'endommagement des composites observée dans la littérature. Quelques auteurs l'utilisent comme paramètre dans la

détermination de la variable d'endommagement. Si l'on regarde de plus près la définition de ce module  $\left(E_f = \sigma_{\max} / \varepsilon_{\max}\right)$ , on constate, dans le cas de notre étude où la contrainte est imposée au chargement, que l'évolution du module de fatigue en fonction des cycles est inversement proportionnelle à celle de la déformation maximale.

On note à travers ces analyses des propriétés de fatigue que la variable déformation semble être la variable la plus évidente pour expliquer l'endommagement par fatigue des éprouvettes FEH parmi toutes les propriétés de fatigue. Les autres variables comme l'énergie dissipée ou la rigidité présentent des limites du fait du comportement assez particulier de l'endommagement des CFN lorsqu'ils sont soumis à la fatigue. On assiste donc à une diminution de l'énergie dissipée et une augmentation de la rigidité dues à la rigidification des fibres et un comportement viscoélastique des éprouvettes FEH durant la fatigue.

#### VI.2.4.3. Variable d'endommagement

Le modèle de l'endommagement par fatigue quel que soit son approche se base sur une justification physique qui elle-même repose sur les données expérimentales brutes (les courbes S-N, propriétés mécaniques résiduelles) ou encore sur la mesure locale du dommage à l'échelle microscopique (densité de propagation des fissures, évolution du délaminage, etc.). La formulation des lois de comportement, de la cinétique de l'endommagement se fait en s'appuyant sur l'évolution d'une ou des variables des propriétés de fatigue. Les analyses des différents paramètres de fatigue effectués à la section précédente pointent sur la déformation comme étant la variable qui explique le mieux le cumul de dommage. Deux indicateurs de déformations ont été analysés à la section précédente : la déformation minimale ou résiduelle et la déformation maximale. En vue de déterminer laquelle représenterait au mieux le cumul de dommage, nous avons donc effectué une analyse plus approfondie de ces deux variables. Comme on peut le constater dans la Figure VI.13, la déformation maximale représente la somme de la déformation élastique et de la déformation minimale.

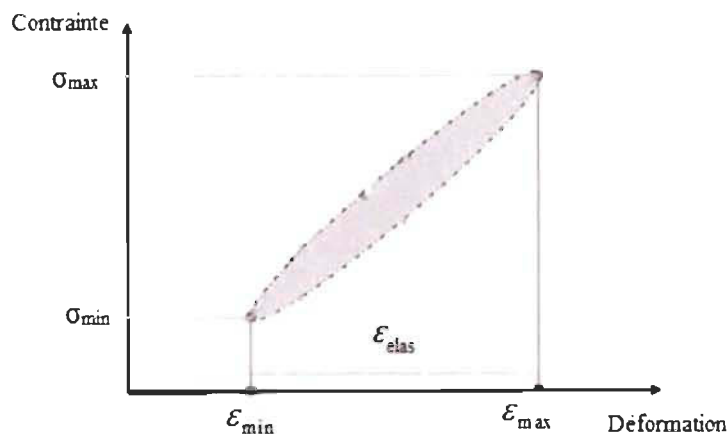


Figure VI.13. Représentation des déformations sur une boucle d'hystérésis

Si l'on représente l'évolution en fonction des cycles de la déformation élastique (Figure VI.14), on constate que cette déformation reste constante au cours du chargement cyclique bien que sa valeur augmente avec le chargement. L'évolution non linéaire de la déformation maximale au cours des cycles n'est donc que la somme de la déformation maximale et d'une constance. En conclusion, la déformation minimale semble être la déformation qui contiendrait l'information sur le cumul de dommage. Par conséquent, l'apparition d'une déformation résiduelle dès les premiers cycles de chargement ne proviendrait que de la création et du développement des fissures au sein du matériau. Lorsque l'état de fissuration critique est atteint, la croissance de la déformation est plus douce. C'est ce qui est observé au niveau de la deuxième phase. L'absence d'une troisième phase n'est que le signe d'une rupture brutale de l'éprouvette à la fin de sa durée de vie.

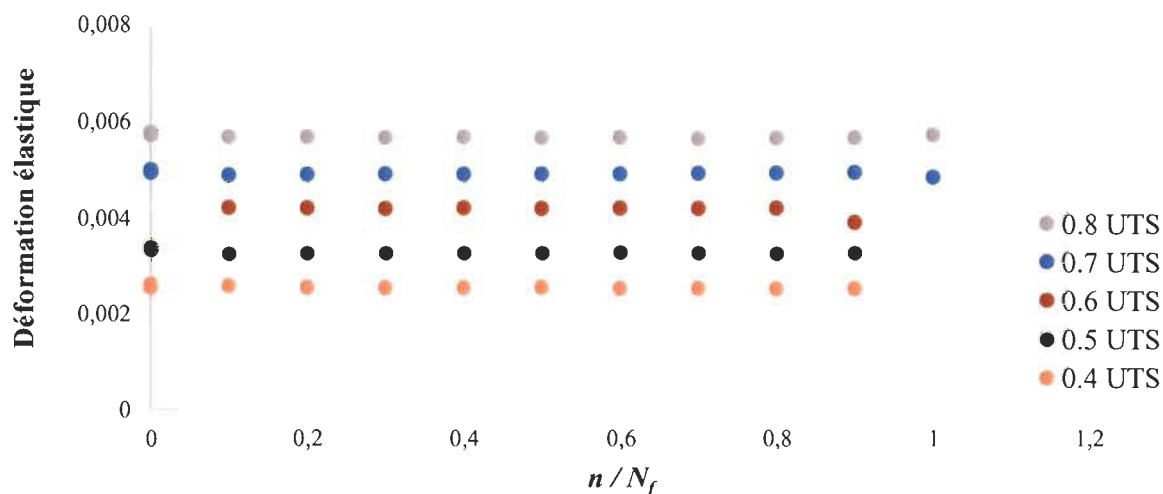


Figure VI.14. Évolution de la déformation élastique moyenne en fonction du rapport de cycle pour les éprouvettes FEH chargées à 0.8UTS jusqu'à 0.4UTS

Le modèle de cumul de dommage utilisé dans le cas des éprouvettes FEH est donc basé sur les modèles d'endommagement continus qui associent la déformation résiduelle cumulée au dommage. Il s'agit du modèle de Hwang et Han [42] qui définissent le dommage à partir des déformations ou du module de fatigue. Ils considèrent que la déformation est dépendante du nombre de cycles. L'expression du dommage  $D$  dans le cas des éprouvettes FEH est donnée par l'équation VI.1. Le dommage est donc fonction de la déformation minimale pendant un cycle  $n$ ,  $\varepsilon_{\min}(n)$  et pondérée par la déformation minimale au début  $\varepsilon_{\min 0}$  et à la fin du cycle  $\varepsilon_{\min f}$ .

$$D_a = \frac{\varepsilon_{\min}(n) - \varepsilon_{\min 0}}{\varepsilon_{\min f} - \varepsilon_{\min 0}} \quad (\text{éq.VI.1})$$

La Figure VI.15 illustre globalement l'évolution de la variable d'endommagement. On peut observer une progression non linéaire de l'endommagement tout au long du chargement. L'augmentation rapide au début des cycles rend compte de la création des fissures dès les premiers cycles, quel que soit le niveau de chargement. Ces résultats confirment la forte dissipation d'énergie observée au début des cycles et la chute du module de fatigue au début de leur courbe. On y observe par la suite une dégradation graduelle plus stable à la deuxième phase. La figure VI15.b montre que 60% de l'endommagement du matériau s'est déroulé après 3000 cycles pour un chargement de 0.6 UTS. Ce comportement illustre la forte résistance au chargement des CFN à remplir leur fonction malgré leur dégradation avancée. Il faut noter que la valeur de  $D$  augmente avec l'amplitude de chargement. Elle est toutefois plus faible pour les chargements de 0.5 UTS et de 0.4 UTS qui ont résisté jusqu'à 2 millions de cycles et n'ont pas subi de rupture.

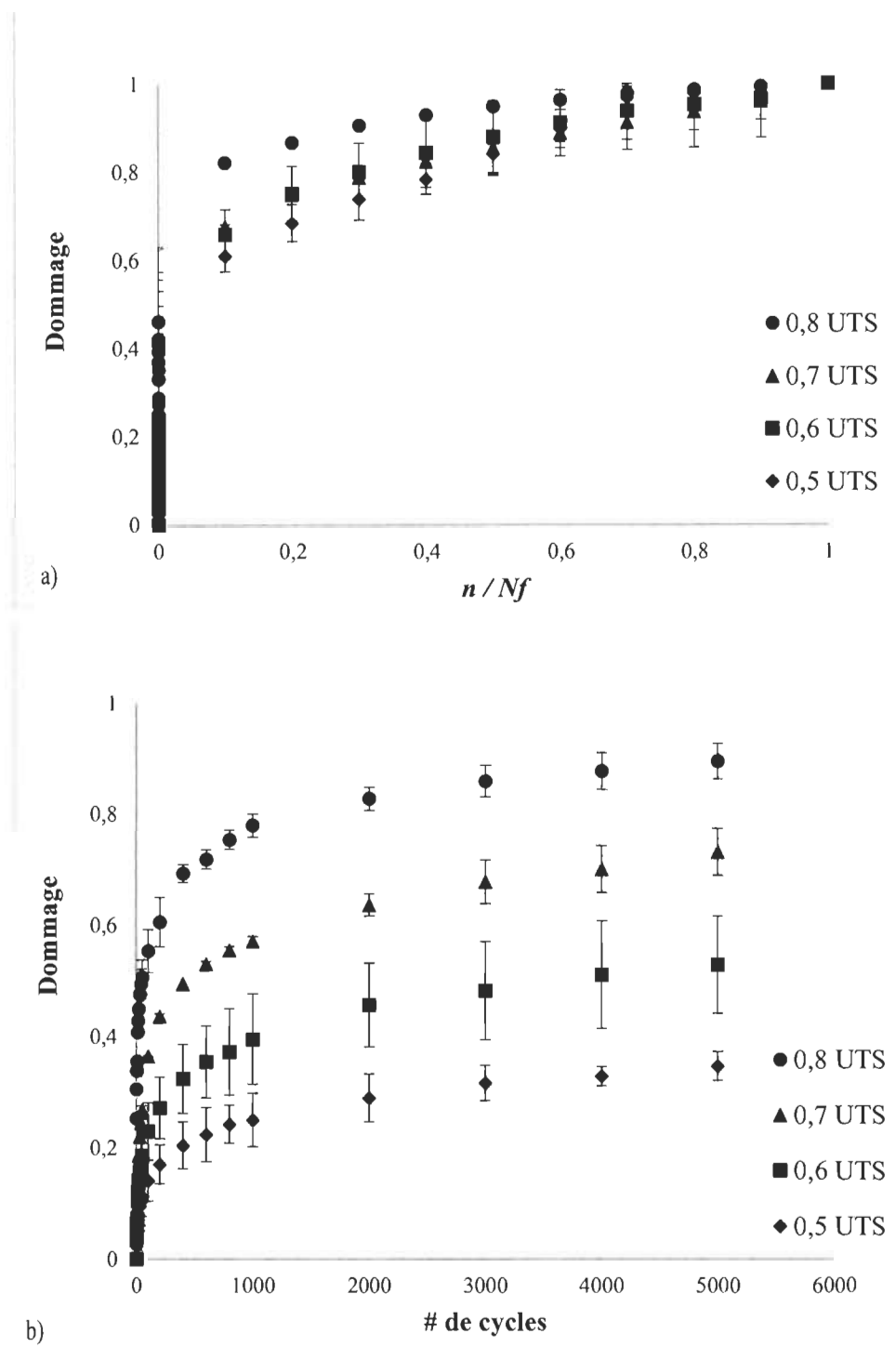


Figure VI.15. Évolution du cumul de dommage en fonction du rapport de cycles(a) et après 5000 cycles (b)

#### VI.2.4.4. Analyse des variables de fatigue par composantes principales

Les données des variables explicatives du cumul de dommage (module tangent, module de fatigue, module sécant, déformation minimale, déformation maximale) ont été étudiées par la méthode d'analyse par composantes principales (PCA) [122, 123]. Cette méthode permet d'étudier les relations entre les variables par la projection des données afin d'en dégager les

différentes caractéristiques. Elle permet aussi d'obtenir une description compacte via les représentations graphiques des variables étudiées. Les données multidimensionnelles sont alors projetées d'un sous-espace de dimension  $m$  dans un sous-espace de dimension inférieure  $l$  ( $l < m$ ), où  $m$  représente le nombre de variables observées. La détermination du sous-espace qui se fait axe par axe est équivalente à la recherche des valeurs propres et des vecteurs propres d'une matrice symétrique. Une visualisation des données est possible lorsque  $l=2$  ou  $3$ .

Dans ce travail le PCA a été utilisé dans le but de voir les relations linéaires qui existeraient entre les différents paramètres de fatigue. La Figure VI.16 illustre le plan de projection sur les principaux axes de la composante principale 1 et 2 des cinq paramètres de fatigue (déformation maximale et minimale ; module tangent, sécant et module de fatigue) étudiés précédemment. Ces données représentent l'évolution des paramètres de fatigue de trois éprouvettes FEH saines sollicitées à 0.8 UTS. Les deux axes principaux détiennent à eux seuls environ 90% de l'information totale. Les variables sont moyennement réparties de part et d'autre des deux axes principaux 1 et 2. On peut remarquer que le module sécant, le module tangent, la déformation minimale et la déformation maximale sont positivement corrélés à l'axe de la composante 1.

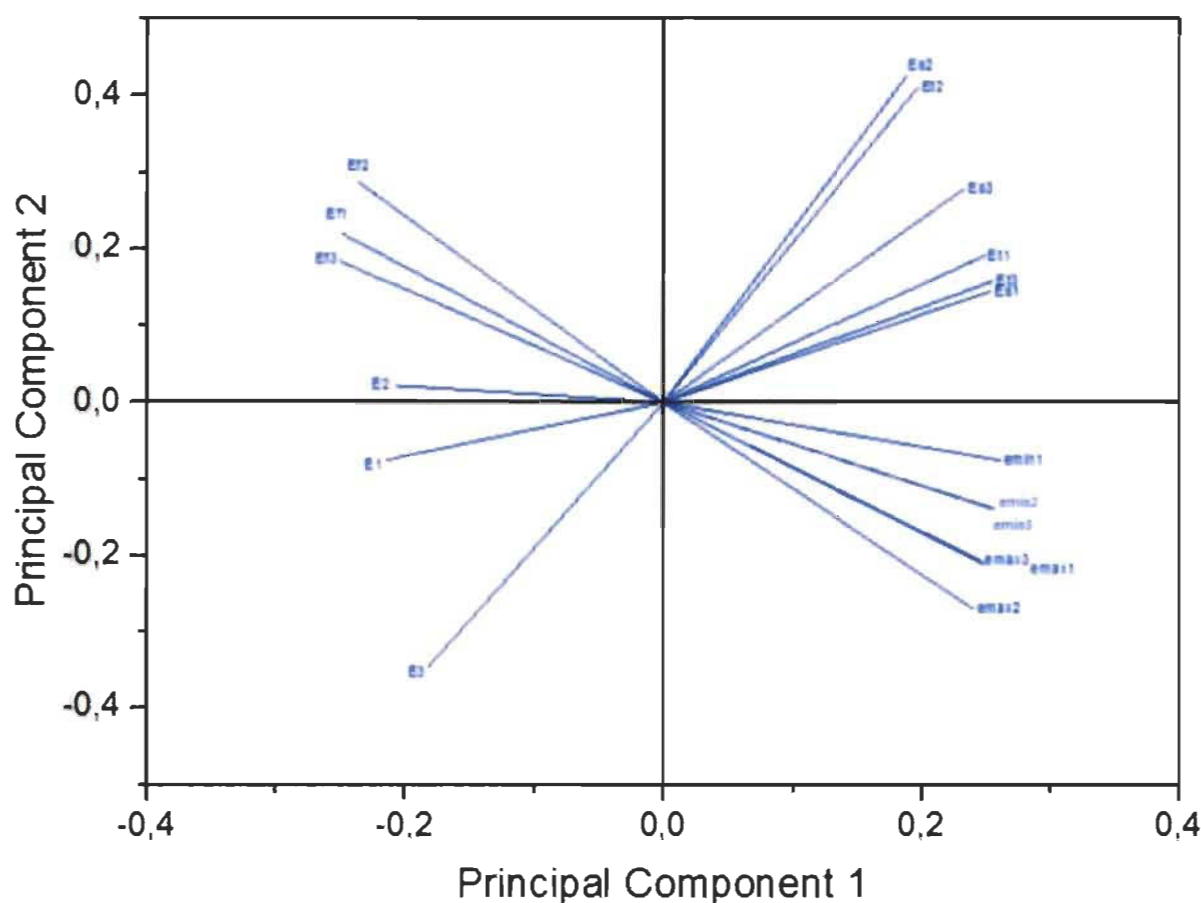


Figure VI.16. Projection des variables sur les axes principaux 1 et 2

Alors que le module de la fatigue et l'énergie dissipée sont négativement corrélés à l'axe de la composante 1. Les modules sécants et tangents présentent une bonne corrélation entre eux, de même que la déformation minimale et la déformation maximale. En effet, du fait de la forte linéarité de la boucle d'hystérésis, la pente déterminant le module tangent est presque confondue à celle du module sécant. La linéarité de la boucle d'hystérésis expliquerait la forte corrélation entre ces deux modules. De même, la forte corrélation entre la déformation maximale et minimale est liée à la relation linéaire qui existe entre ces deux variables. En effet, la déformation maximale est une somme de la déformation maximale et d'une constante. Les coefficients de corrélation entre les différentes variables illustrées sur la Table VI.3 confirment cette tendance. On peut aussi remarquer une très forte corrélation négative entre  $\varepsilon_{max}$  et  $E_f$ . Ceci démontre la relation de proportionnalité inverse entre ces deux variables observées dans la section précédente. La variable énergie (noté  $\dot{E}$  sur la Figure VI.16) présente une disparité de projection. Cela révèle une présence plus importante de bruit ou de variabilité dans l'évolution de cette variable au cours de la fatigue. Ce résultat confirme l'existence d'une forte variabilité dans l'évolution de l'énergie dissipée d'où sa difficulté à bien décrire l'endommagement. La projection des données avec le PCA confirme donc l'existence des relations entre les différentes variables de fatigue comme démontré dans la section précédente.

Table VI.3. Coefficient de corrélation entre les différents paramètres de fatigue

	$E_{sI}$	$E_{tI}$	$E_{fI}$	$\varepsilon_{minI}$	$\varepsilon_{maxI}$	$E_I$
$E_{sI}$	1					
$E_{tI}$	0,9922	1				
$E_{fI}$	-0,81034	-0,76818	1			
$\varepsilon_{minI}$	0,92476	0,90417	-0,95295	1		
$\varepsilon_{maxI}$	0,81798	0,77804	-0,99951	0,95887	1	
$E_I$	-0,78422	-0,77316	0,68671	-0,79158	-0,69544	1

La Table VI.4 représente le pourcentage de la variabilité des valeurs propres de la projection sur les 2 axes des composantes principales. On peut constater que le pourcentage de variabilité de la première valeur propre est de l'ordre de 79,39%. Ce qui signifierait qu'en passant de 5 variables à une seule variable, on ne perd qu'environ 20% de l'information sur les données. À la vue des fortes corrélations entre ces différentes variables, on pourrait conclure qu'une seule variable serait suffisante pour décrire le dommage des échantillons FEH.



Ce résultat confirme donc le choix de la déformation minimale comme variable pertinente pour décrire le cumul de l'endommagement par fatigue des composites à fibres naturelles. L'évolution du module ou de l'énergie dissipée ne permettent pas dans le cas des composites à fibres naturelles d'expliquer l'endommagement comme il en est dans le cas pour les composites à fibres synthétiques.

Table VI.4. Pourcentage de variabilité des valeurs propres

Valeur propre	Pourcentage de variance	Pourcentage cumulé
1	79,39%	79,39%
2	13,26%	92,66%
3	2,83%	95,48%
4	1,81%	97,30%
5	1,37%	98,66%
6	0,95%	99,61%
7	0,24%	99,85%
8	0,11%	99,96%
9	0,02%	99,98%
10	0,01%	99,99%
11	0,00%	100,00%
12	0,00%	100,00%
13	0,00%	100,00%
14	0,00%	100,00%
15	0,00%	100,00%
16	0,00%	100,00%
17	0,00%	100,00%
18	0,00%	100,00%

#### VI.2.4.5. Évaluation de l'endommagement par les techniques non destructives

##### VI.2.4.5.1. Analyse des données de l'émission acoustique

Certaines éprouvettes FEH lors des essais de fatigue ont été couplées avec les capteurs d'émission acoustique afin de suivre l'évolution de l'endommagement. Les courbes d'énergie absolue cumulée en fonction du nombre de cycles normé (Figure VI.17) montrent une évolution réalisée en trois (3) grandes phases et s'accordant parfaitement avec la littérature :

- La première phase (I) dans laquelle on observe une montée rapide de l'énergie cumulée ;
- La phase II marquée par une évolution lente de l'énergie ;
- La phase III montre également une augmentation rapide jusqu'à la rupture de l'éprouvette.

La limite entre la phase I et la phase II se situe autour de 2% de la durée de vie totale tandis qu'entre la phase II et la phase III la limite est de 95% de  $N_f$ . Ces changements de phase varient peu, quel que soit le niveau de charge. En comparant les énergies cumulées de chaque phase, on peut déduire que la phase III constitue la phase d'endommagement à des valeurs de hautes énergies. Cette concordance peut se faire avec les courbes d'endommagement de fatigue qui révèlent une montée rapide au début du cycle de l'endommagement suivi d'une stabilisation qui se termine par une rupture brutale. L'analyse des résultats de l'EA pour les essais de traction) a permis de localiser les amplitudes correspondant à ses différents mécanismes (voir Chapitre IV.

Quatre (4) grands mécanismes ont été détectés :

- Fissuration de la matrice
- Décohésion fibre/matrice
- Délaminage
- Rupture des fibres.

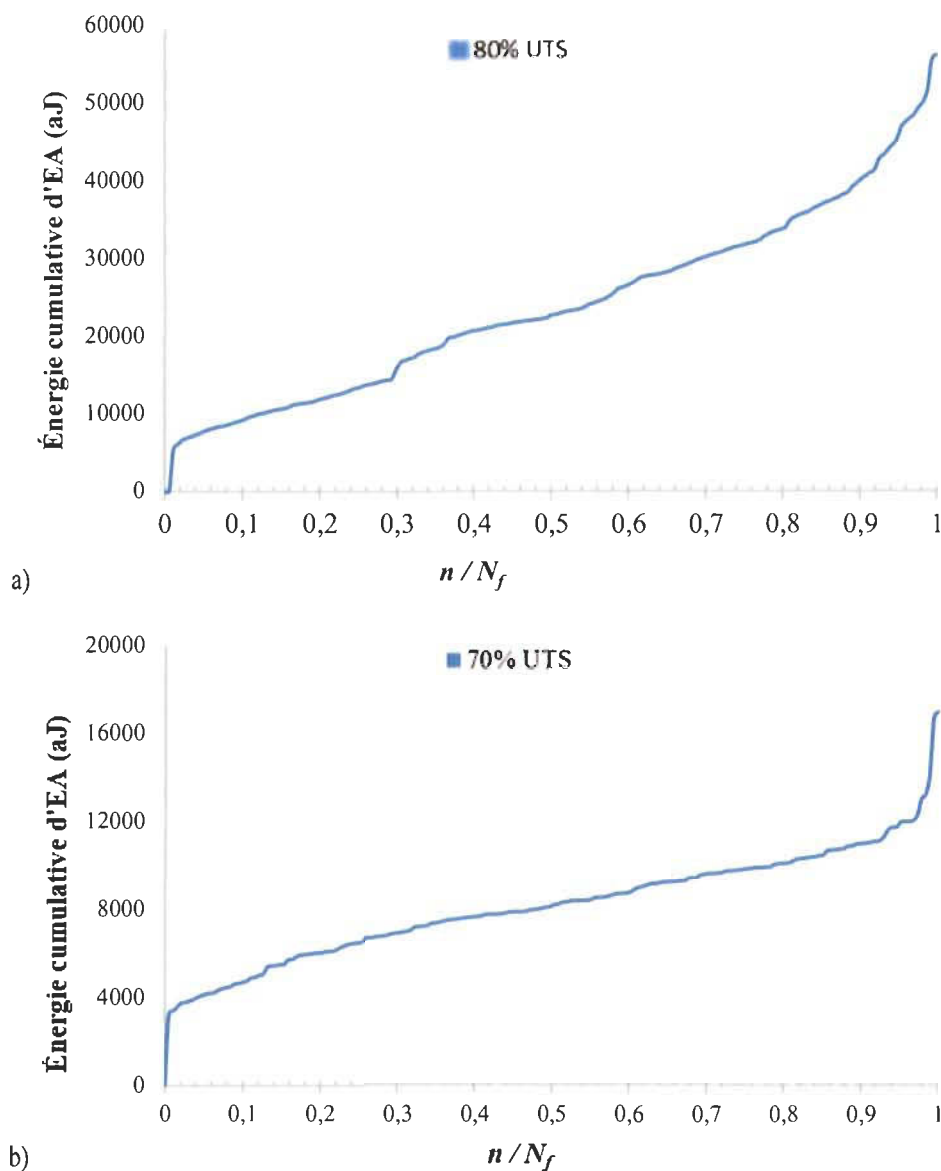


Figure VI.17. Évolution de l'énergie cumulée en fonction du rapport de cycle de l'échantillon FEH sain à 80%UTS a) et à 70% UTS b)

L'histogramme de l'évolution de l'énergie absolue cumulée en fonction du rapport de cycle et des hits en fonction de l'amplitude des éprouvettes sollicitées à 70% et 80% UTS ont été illustrés respectivement par la Figure VI.18. Si l'on compare ces résultats avec ceux obtenus en traction, on constate que le mécanisme le plus présent est la fissuration de la matrice. On note la présence du phénomène de décohésion fibre/matrice. Les mécanismes à forte amplitude comme le délaminage et la rupture des fibres sont moins présents. Ce qui suggère que l'endommagement en dynamique semble être différent de celui en statique. La présence abondante de la fissuration matricielle aux dépens des autres mécanismes pour le cas de la fatigue est due à une propagation lente et une accumulation de ce mécanisme au cours du temps. Cette accumulation créerait par la

suite une fragilisation de l'interface fibre/matrice. Les observations optiques du faciès de rupture vont nous permettre plus tard de valider plus affirmation.

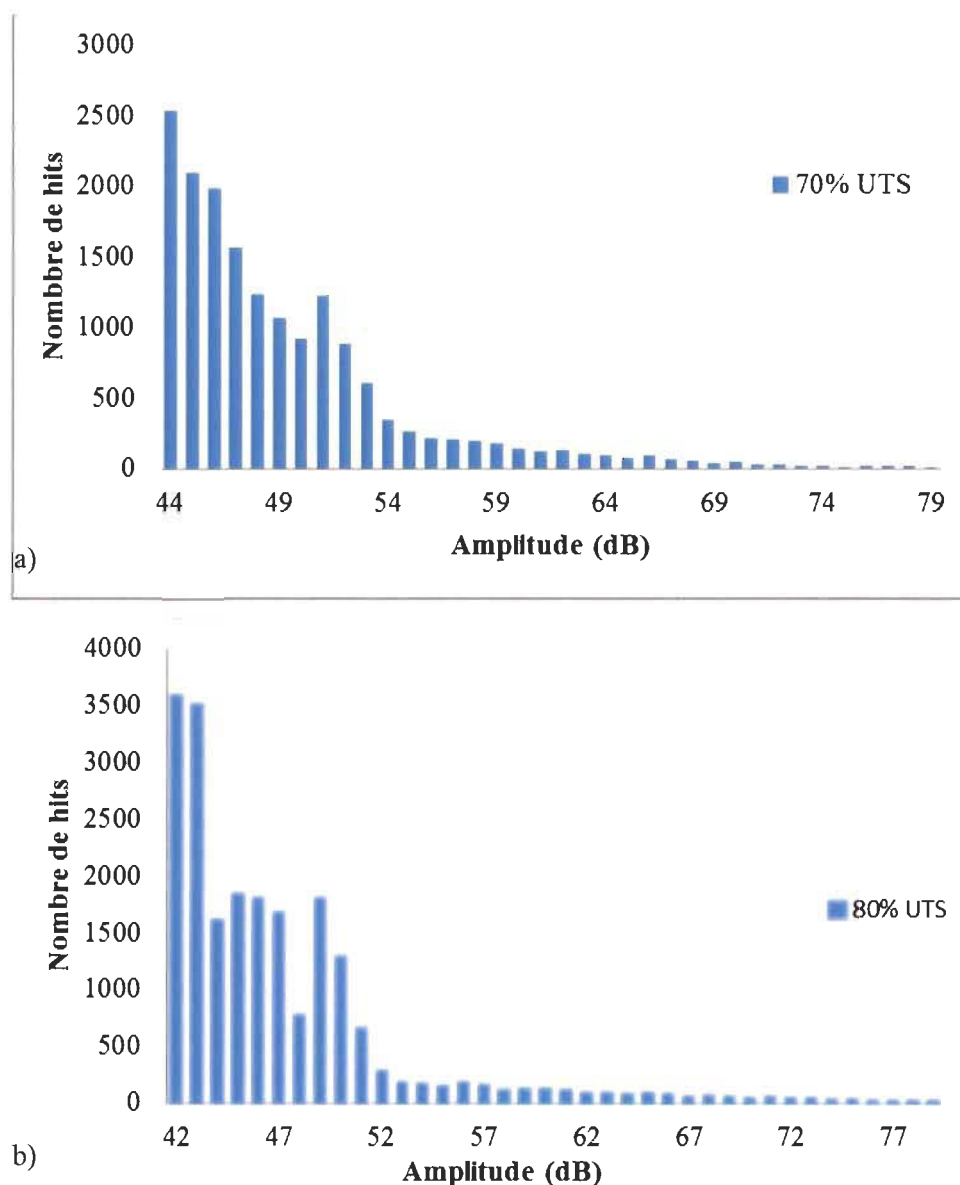


Figure VI.18. Nombre de hits en fonction des amplitudes pour les éprouvettes FEH sollicitées à 70% a) et 80%UTS b).

#### VI.2.4.5.2. Analyse de l'endommagement par la thermographie infrarouge

L'évolution de la température à la surface des échantillons au cours de la fatigue est illustrée sur la Figure VI.19. Une zone de surface a été définie sur l'échantillon pour la prise des données issues de l'évolution du champ thermique à la surface de l'éprouvette par caméra infrarouge. Le triangle bleu sur la figure indique le point le plus froid et le triangle rouge le point le plus chaud dans l'échantillon. L'échauffement à la surface de l'éprouvette au milieu de l'échantillon vers la fin du cycle est le signe de création d'endommagement au sein du matériau. La Figure VI.20

montre la moyenne de la variation de la température d'un échantillon en fonction du rapport de nombre de cycles. Cette valeur ne représente que la moyenne prise dans la zone d'intérêt rectangulaire. On peut observer que la température augmente très rapidement dès le début du cycle et atteint une valeur seuil avant de se stabiliser. La dissipation thermique augmente avec le niveau de chargement. Pour une charge de 80% UTS, la température de l'échantillon s'élève à un maximum de 4,5°C alors qu'elle s'élève de 2,5°C pour un chargement de 70%UTS. Dans le cas de ce matériau, on pourrait noter l'absence du phénomène d'autoéchauffement du fait de la faible dissipation thermique. Ce résultat confirme ceux de l'évolution de la courbe d'hystérésis qui montrait une faible dissipation de l'énergie dans ce matériau.

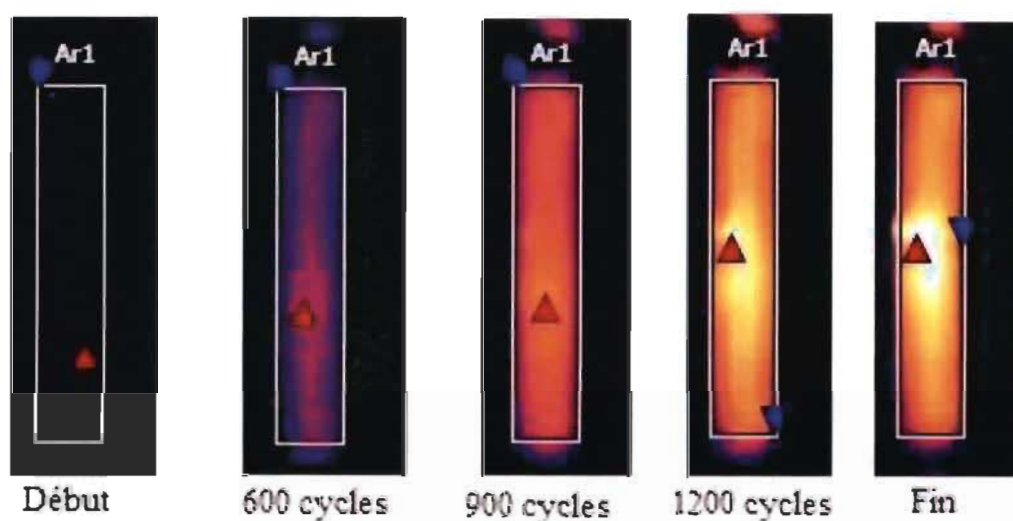


Figure VI.19. Évolution de la température à la surface d'un échantillon FEH à 0.8 UTS

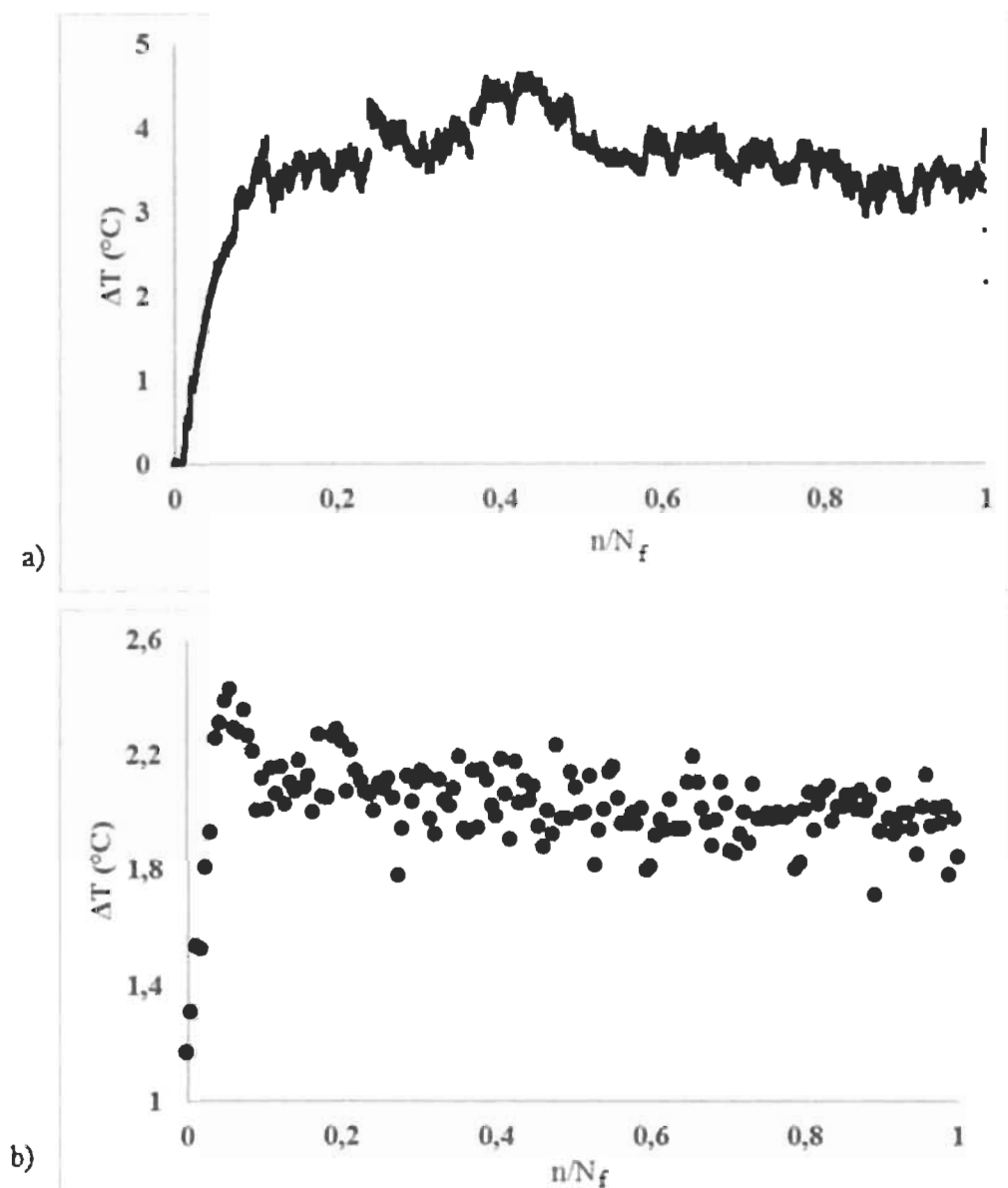


Figure VI.20. Évolution de la température moyenne en fonction du rapport de cycle à 80% (a) et 70% (b) UTS

#### VI.2.4.6. Analyse microstructurale des faciès de rupture

Les photos bimodales prises sur le faciès de rupture après le cycle de fatigue montrent un faciès fait d'une rupture brutale. On constate que le mode rupture des éprouvettes de fatigue est différent de celui testé en traction (Figure VI.21). Le phénomène de délaminage est moins présent dans le cas de la fatigue. Les images de l'observation MEB sont illustrées par la Figure VI.22. On peut retrouver des mécanismes liés à la décohésion fibre/matrice. On observe majoritairement une décohésion de faisceaux de fibres. Il s'agit des fibres élémentaires agglutinées les unes aux

autres par la matrice (Figure VI.23). Ces résultats confirment les événements observés par l'impulsion acoustique.

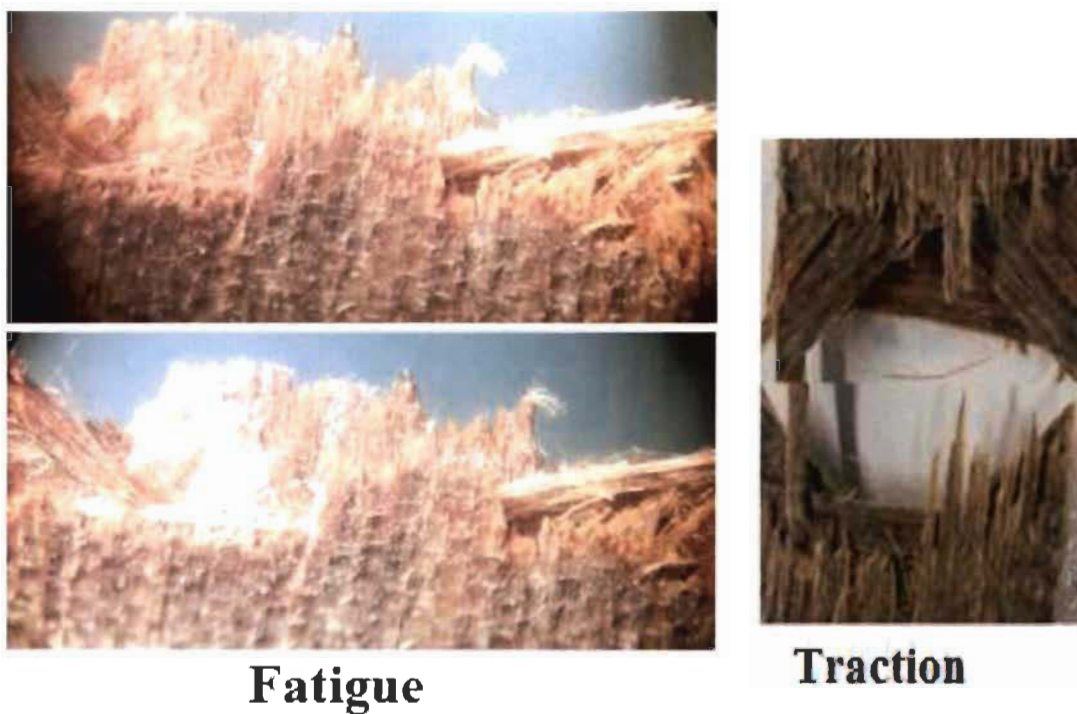


Figure VI.21. Faciès de rupture d'une éprouvette FEH testée en fatigue et en traction



Figure VI.22. Image MEB du faciès de rupture d'une éprouvette FEH après un essai de fatigue



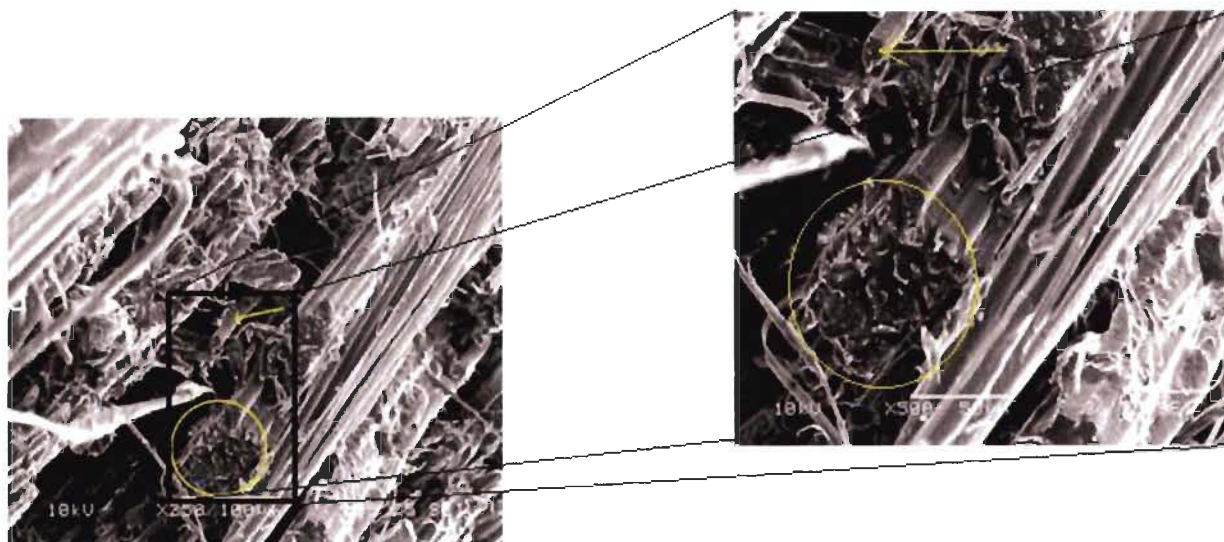


Figure VI.23. Images MEB du faciès de rupture d'une éprouvette FEH testé en fatigue

Dans cette section, on a exposé différents résultats sur le comportement en fatigue des échantillons FEH. Dans un premier temps, l'endurance du composite FEH lin/époxy a été étudiée. Ces résultats montrent une bonne résistance en fatigue des éprouvettes. L'analyse des différentes variables de fatigue a montré que la déformation minimale serait la variable la plus pertinente afin d'expliquer l'évolution de l'endommagement par fatigue dans ce matériau. Un modèle de cumul de dommage basé sur l'évolution de la déformation minimale a été utilisé pour définir la variable d'endommagement par fatigue de ce matériau. L'analyse des variables de fatigue a permis de constater l'influence du phénomène de raidissement des fibres lors du chargement en fatigue sur ces variables qui sont utilisées généralement pour expliquer l'endommagement des composites synthétiques. Les analyses non destructives comme l'émission acoustique et la thermographie infrarouge ont permis de valider les mécanismes d'endommagement et la dissipation thermique au sein de ce matériau. La suite de ce travail concerne l'étude de l'influence du vieillissement hygrothermal sur le comportement en fatigue des éprouvettes FEH.

### VI.3. Comportement en fatigue des éprouvettes vieilles

Cette section va aborder l'influence du vieillissement sur les propriétés en fatigue du quasi - isotrope lin/époxy nommé FEH.

#### VI.3.1. Méthodes expérimentales

Les éprouvettes ont été préalablement vieilles par la méthode hygrothermale simple, c'est-à-dire mises dans un bain thermal à 60°C jusqu'à saturation puis séché à 60°C. Elles ont ensuite subi des tests de fatigue suivant les paramètres décrits à la section 2.1 de ce chapitre. Une comparaison de la performance et de leur propriété en fatigue va être élaborée dans cette section. Des analyses PCA (Figure VI.24) en vue de comparer l'évolution du dommage des échantillons sains et vieillis sont effectuées. Les analyses des signaux acoustiques et des observations des microstructures seront utilisées pour élucider les mécanismes mis en jeu au sein des éprouvettes après vieillissement.

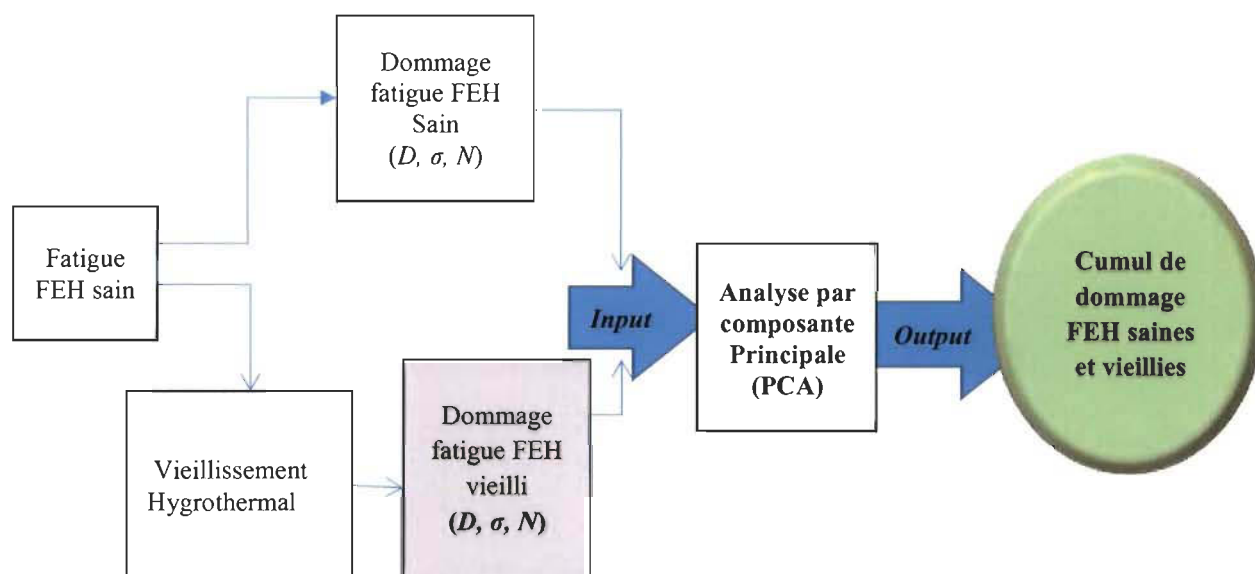


Figure VI.24. Méthode d'analyse du cumul de dommage des éprouvettes FEH par PCA

#### VI.3.2. Résultats et discussion

##### VI.3.2.1. Effet du vieillissement hygrothermal sur la performance en fatigue

La Figure VI.25 représente l'évolution des courbes S-N et la tendance d'évolution des éprouvettes saines (noires) et vieilles (rouge). La limite d'endurance pour les éprouvettes est donc descendue à 40% du rapport de charge ultime (0,4UTS) après vieillissement. On observe une chute de la durée de vie pour chaque niveau de chargement sauf pour les charges élevées (0,8UTS). À 0,8 UTS on observe une forte variabilité des résultats aussi bien pour les éprouvettes saines que pour les éprouvettes vieilles. On peut constater la baisse de la durée de vie après vieillissement à travers la courbe de tendance logarithmique tracée avec un niveau de confiance

proche de 90%. A la lumière de ces résultats, on peut suggérer que le vieillissement hygrothermal a engendré une perte d'endurance de l'échantillon FEH. L'analyse de la dispersion des résultats avant et après vieillissement sera discutée ici.

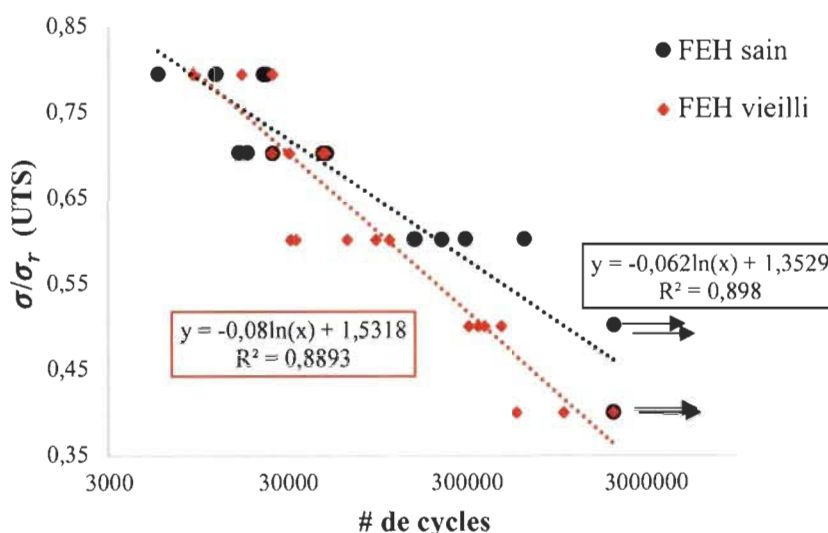


Figure VI.25. Courbes S-N des échantillons sains (noirs) et vieillis (rouge)

### VI.3.2.2 Distribution de la durée de vie

L'analyse statistique est une méthode utilisée généralement pour modéliser la courbe S-N. Les modèles les plus utilisés sont les modèles de Weibull et de Basquin [124]. Le comportement de chaque échantillon devant la fatigue étant différent, on tient compte d'une analyse probabiliste de la courbe S-N. On associe à chaque sollicitation une probabilité de rupture donnée en se basant sur la connaissance de la moyenne et l'écart type de la population expérimentée.

Les résultats des tests d'endurance en fatigue (Figure VI.25) étant dispersifs, une analyse par méthode probabiliste s'impose. L'analyse de distribution a été donc effectuée sur les échantillons FEH sains et vieillis en se basant sur la norme ASTM D 3479 qui utilisent une loi de distribution selon Weibull [125]. La distribution de Weibull dépend généralement de deux paramètres qui sont :  $N_0$  et  $m$ . Ces deux paramètres sont respectivement appelés le paramètre d'échelle et le paramètre de forme.  $N_0$  et  $m$  sont respectivement la moyenne et l'écart-type de la fonction Weibull. L'avantage de l'utilisation de ces deux paramètres pour la modélisation de la durée de vie des composites est qu'ils donnent des explications physiques de la rupture d'un matériau [126]. Suivant la valeur de  $m$  (paramètre de Weibull), le taux de rupture au sein d'un matériau est soit croissant ( $m \leq 1$ ) ou décroissant ( $m \geq 1$ ).  $N_0$  donne une estimation sur la médiane de la durée de vie.

$P_R(N)$  représente la probabilité de rupture des éprouvettes et est définie par l'équation VI.2. La manière la plus classique de présenter les résultats est illustrée par l'équation VI.3. Cette représentation est appelée le « diagramme de Weibull ».

$$P_R(N) = 1 - \exp\left[\left(-\frac{N}{N_0}\right)^m\right] \quad (\text{éq. VI.2})$$

$$\ln[-\ln(1 - P_R(N))] = m \ln(N) - m \ln(N_0) \quad (\text{éq. VI.3})$$

La Figure VI.26 illustre le diagramme de Weibull pour la population des éprouvettes FEH saines et vieilles. L'absence de points expérimentaux pour les niveaux de charges manquants (0,4 et 0,5 UTS) pour les échantillons est liée à la non-rupture des éprouvettes. Malgré le peu d'éprouvettes utilisées dans cette analyse, l'évolution de la durée de vie suit un comportement de Weibull. La Table VI.5 illustre les différentes analyses de Weibull effectué sur les éprouvettes FEH saines et vieilles pour différents niveaux de chargement. On peut observer que le paramètre de Weibull  $m$  des éprouvettes vieilles semble plus élevé par rapport à celui des éprouvettes saines. Cela pourrait être le signe d'un cumul d'endommagement plus accentué au sein des éprouvettes vieilles. On peut aussi constater que le paramètre  $m$  est indépendant du niveau de chargement. D'après l'équation VI.3, la durée de vie caractéristique ( $N_0$ ) est le temps ou le nombre de cycles auquel on s'attend à ce que 63,2% de la population des éprouvettes FEH se rompent. On peut constater que cette durée de vie diminue de façon significative avec l'augmentation du niveau de chargement. On peut à partir de cette équation déterminer la probabilité de rupture de la population des éprouvettes FEH. La Figure VI.27 illustre donc la probabilité de rupture des éprouvettes en fonction de la durée de vie pour différent niveau de chargement. Par exemple, une charge de 60% de la contrainte ultime en traction (UTS) des échantillons FEH sains à 300000 cycles, la probabilité de rupture est de 50%. Pour les échantillons vieillis, pour la même contrainte ultime en traction, le nombre de cycles est de 50000 avec une probabilité de rupture de 50%. Les valeurs des courbes de la Figure VI.27 sont des données nécessaires pour les ingénieurs de conception pour le choix de la fiabilité du matériau (un matériau peut être utilisé sans défaillance). Comme les données de la durée de vie de la population des éprouvettes FEH sont très proches et sont moins dispersées (les points sur les courbes de la Figure VI.26 et VI.27), celles-ci offrent donc la possibilité de prédire la fiabilité de la durée de vie, des données nécessaires au concepteur.

Table VI.5. Analyse Weibull des données de l'endurance par fatigue des éprouvettes FEH saines et vieilles

Niveau de chargement	Éprouvettes	FEH saines			FEH vieilles		
		$N_f$	$N_0$	$m$	$N_f$	$N_0$	$m$
80% UTS	1	5687	18833	1,49	9002	22100	2,02
	2	12027			16732		
	3	22197			24740		
	4	22955			24856		
70% UTS	1	16082	36417	1,82	24536	37198	3,38
	2	17868			30600		
	3	24822			30775		
	4	47254			47063		
60% UTS	1	152690	338866	1,58	31157	50418	2,78
	2	155018			33319		
	3	217405			48599		
	4	294777			64407		
	5	626130			--		
50% UTS	1	2000000	--	--	92786	294765	1,44
	2	2000000			110652		
	3	2000000			304797		
	4	2000000			344087		
	5	--			374263		
40% UTS	1	2000000	--	--	463878	1437089	1,45
	2	2000000			577825		
	3	2000000			1053133		
	4	2000000			2000000		
	5				2000000		

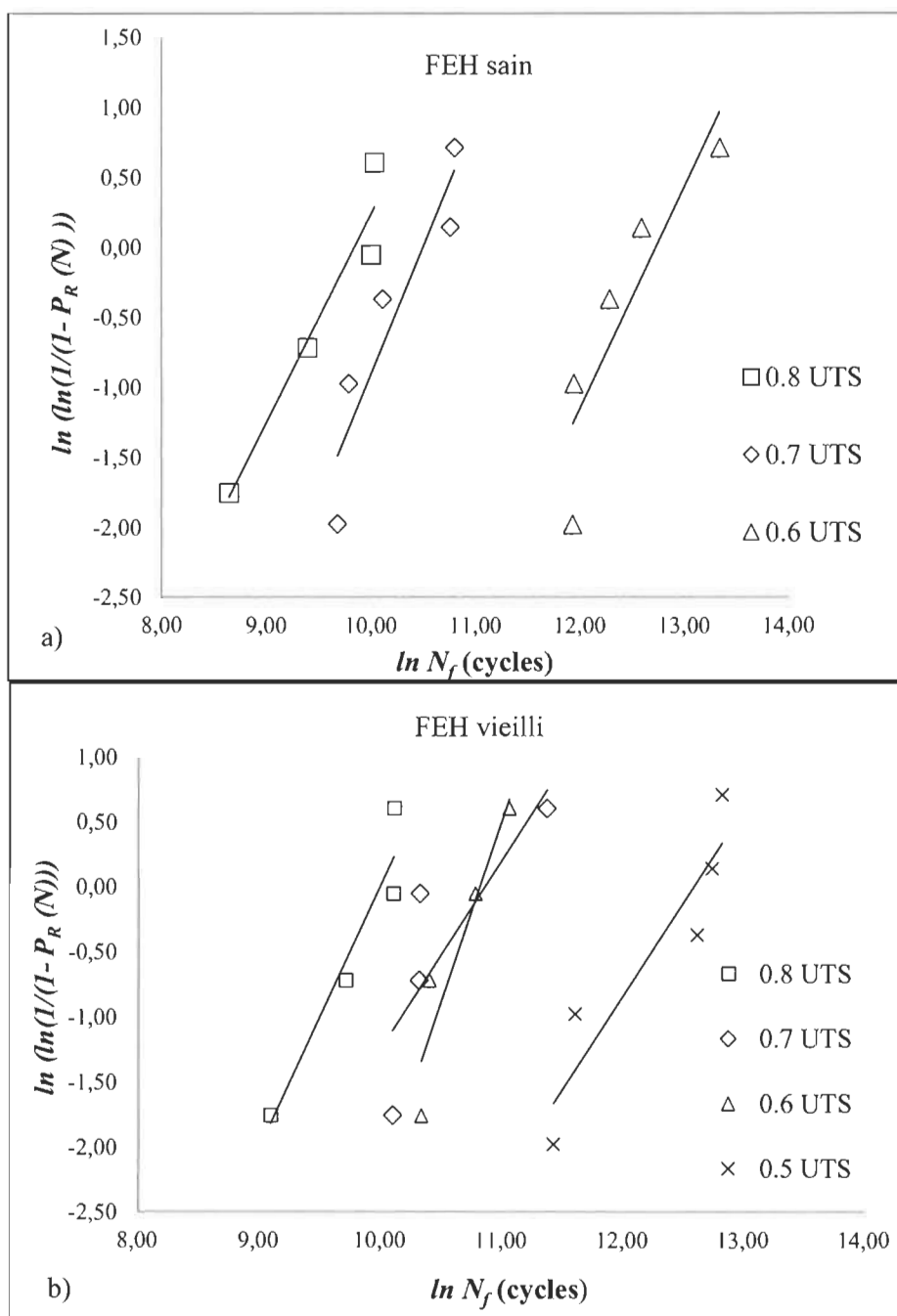


Figure VI.26. Lignes de Weibull pour les éprouvettes FEH saines (a) et vieilles (b)



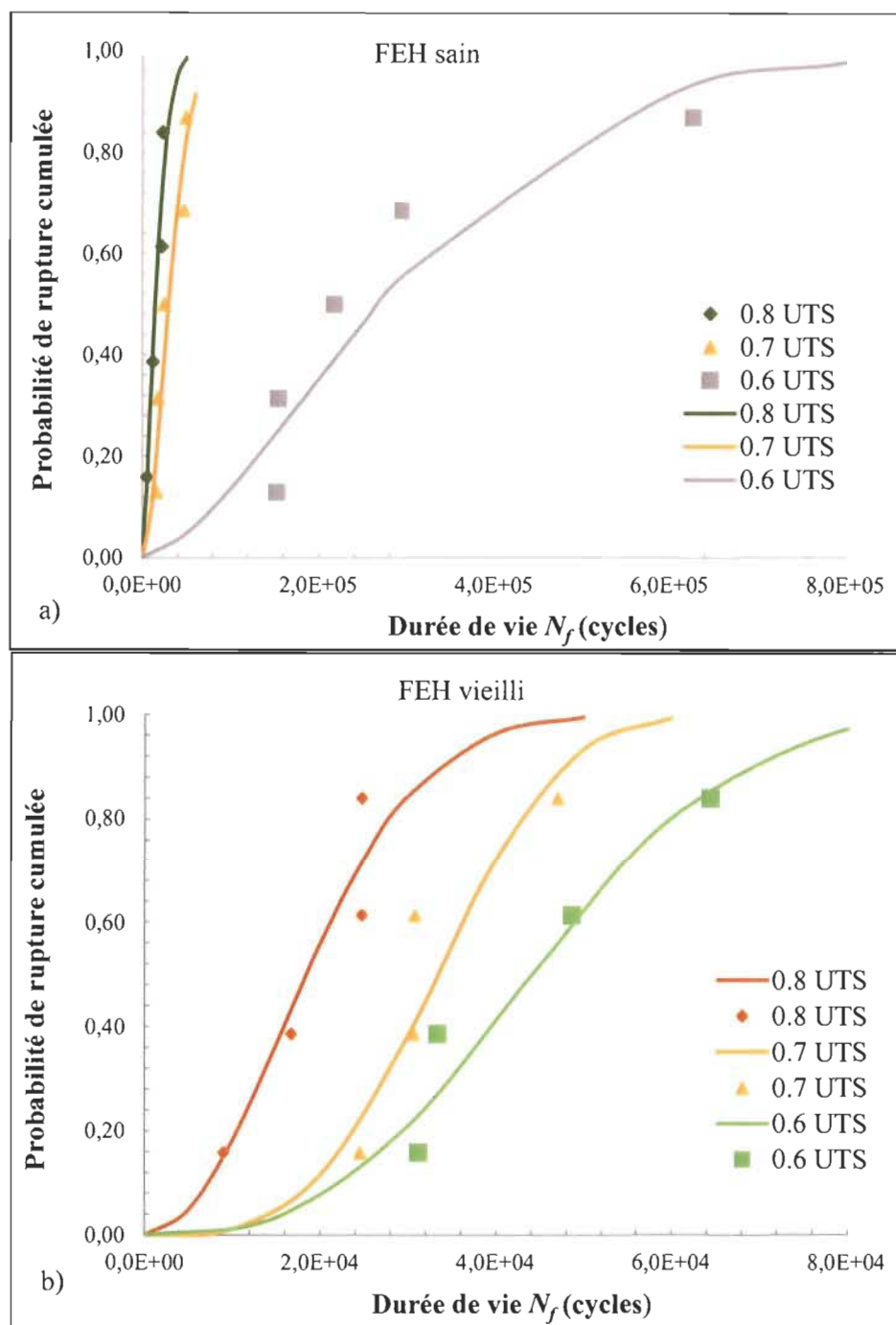


Figure VI.27. Probabilité de rupture en fonction du nombre de cycles des éprouvettes saines (a) et vieilles (b)

Des modèles probabilistes comme les chaînes de Markov semblent plus adaptés pour prendre en compte le caractère dispersif du phénomène de fatigue des CFN, mais ce modèle demande un nombre important d'éprouvettes par niveau (au moins 14 éprouvettes). Les détails de ce modèle sont décrits dans l'annexe 1 de ce travail.



### VI.3.2.3. Influence du vieillissement sur l'énergie dissipée

La mesure de l'évolution des boucles d'hystérésis des éprouvettes FEH vieilles montre un comportement similaire avec les éprouvettes saines. On y voit un décalage de la boucle d'hystérésis vers les grandes déformations comme pour les éprouvettes saines. La dissipation de l'énergie est plus grande au début qu'à la fin du cycle, preuve d'une forte présence d'endommagement au début des cycles. Si l'on s'attarde par contre à comparer l'énergie dissipée en début de cycle pour les éprouvettes saines et vieilles à un même niveau de chargement, on constate que l'énergie dissipée par les éprouvettes vieilles est plus importante (Figure VI.28 a et b). Cette dissipation importante au début des cycles peut être liée à l'affaiblissement de l'interface fibre/matrice créé par le vieillissement qui engendrerait un dommage plus important.

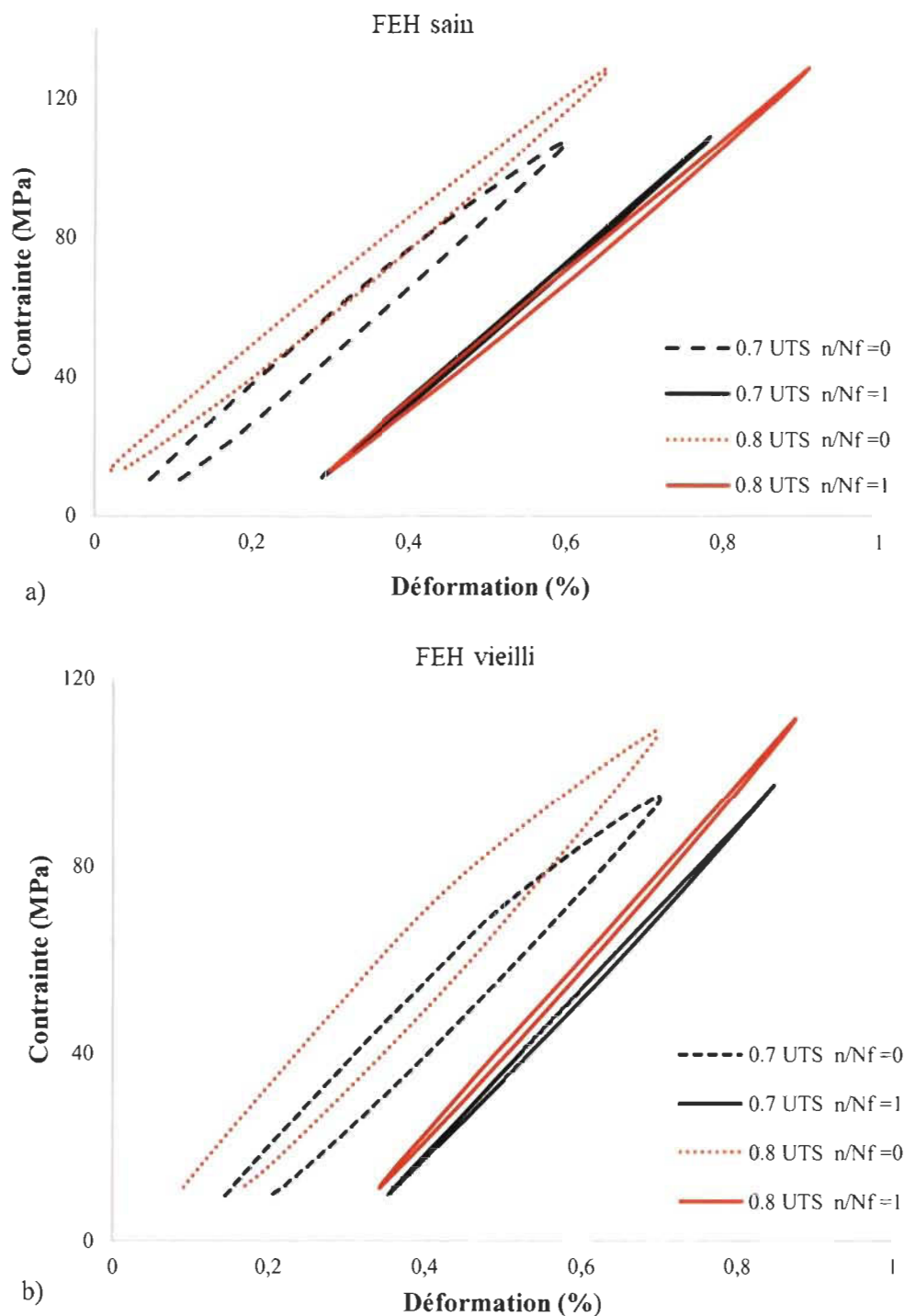


Figure VI.28. Évolution de la courbe d'hystérésis au début des cycles et à la fin des cycles pour les échantillons sains (a) et vieillis (b) pour les chargements de 70% UTS (noir) et 80% UTS (rouge)

#### VI.3.2.4 Influence du vieillissement sur la déformation

Les Figures VI.29 et VI.30 illustrent l'évolution de la déformation en fonction des cycles des éprouvettes saines et vieilles pour des niveaux de charge de 0,4 à 0,8 UTS. On y observe un comportement similaire dans l'évolution de la déformation minimale pour les éprouvettes saines

et vieilles. Les deux phases d'évolution sont les mêmes. Mais on peut remarquer que la valeur de chaque déformation minimale pour différents niveaux de charge a très légèrement augmenté. Cette augmentation semble tout de même peu significative par rapport à la variabilité des résultats.

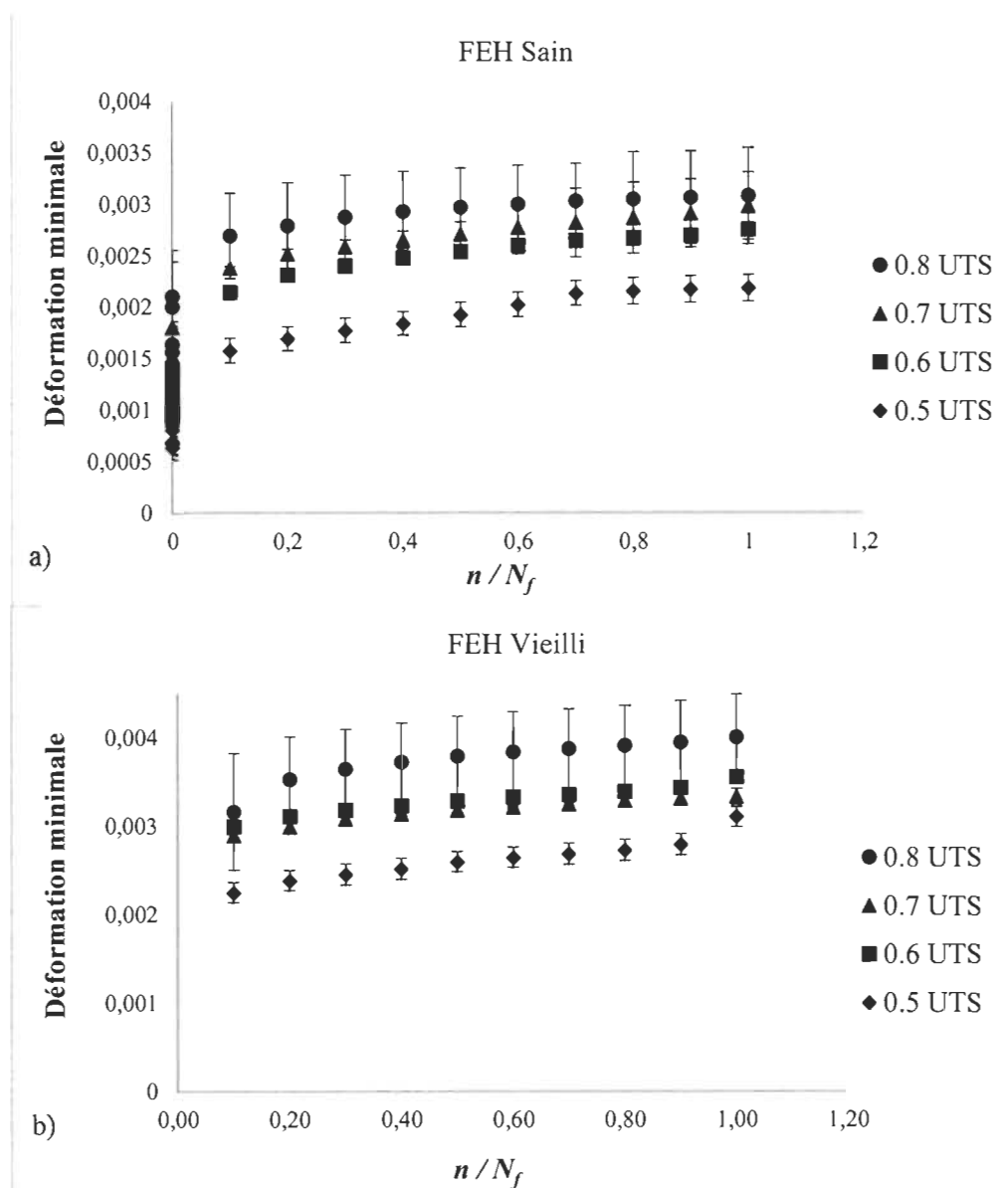


Figure VI.29. Évolution de la déformation minimale en fonction du nombre de cycles pour les échantillons sains (a) et les échantillons vieillis (b)

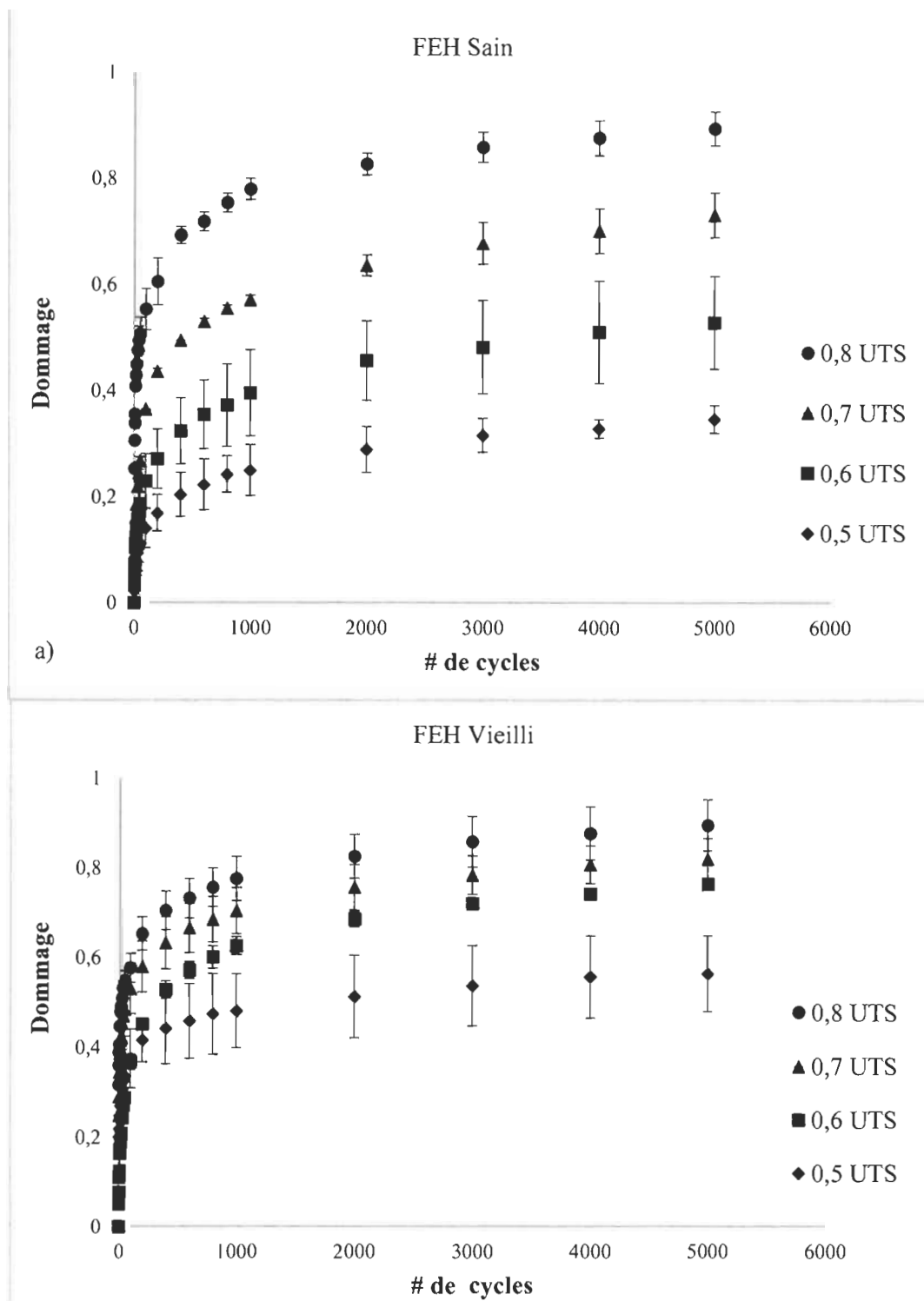


Figure VI.30. Évolution de la déformation minimale en 5000 cycles pour les échantillons sains (a) et les échantillons vieillis (b)

### VI.3.2.5. Influence sur le module de la fatigue

L'évolution du module de fatigue en fonction du ratio des cycles pour les éprouvettes saines et vieilles à 0,8 et 0,7 UTS est illustrée par la Figure VI.31. Malgré le comportement identique de l'évolution en 3 phases du module de fatigue, on observe une chute de ce module des éprouvettes après vieillissement.

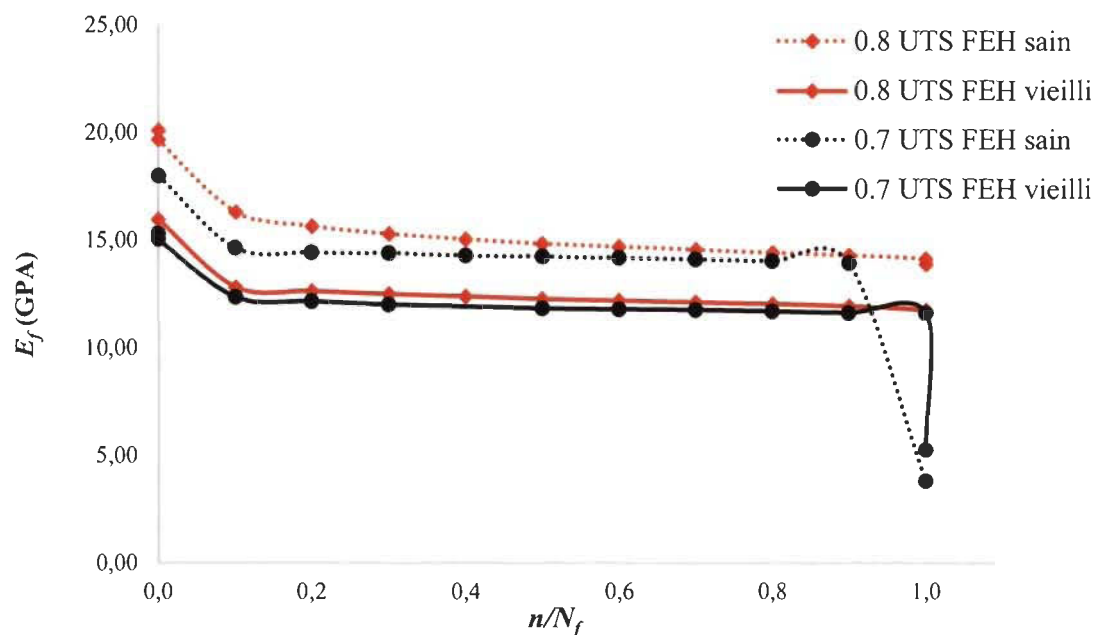


Figure VI.31. Évolution du module de fatigue des éprouvettes saines (pointillé) et vieilles (trait plein)

### VI.3.2.6. Influence du vieillissement hygrothermal sur la variable d'endommagement

La courbe d'évolution du dommage des éprouvettes vieilles et saines représentée par la Figure VI.31 montre une augmentation du dommage après vieillissement au début du chargement bien avant la phase de saturation. Une analyse par PCA des variables d'endommagement des éprouvettes saines et vieilles a été faite en vue de clarifier l'évolution du dommage de ces deux groupes d'éprouvettes pour différents niveaux de charge. La projection des données (Figure VI.32) montre une séparation des données entre les variables de dommage des éprouvettes saines (noté U) et vieilles (noté A) de part et d'autre de l'axe positif de la composante principale 2. Cette projection des données du dommage met en évidence la différence d'évolution de l'endommagement des échantillons sains et vieillis, un fait difficilement observable à travers les courbes d'endommagement brutes. La Table VI.6 montre la bonne corrélation qui existe entre les différentes variables.

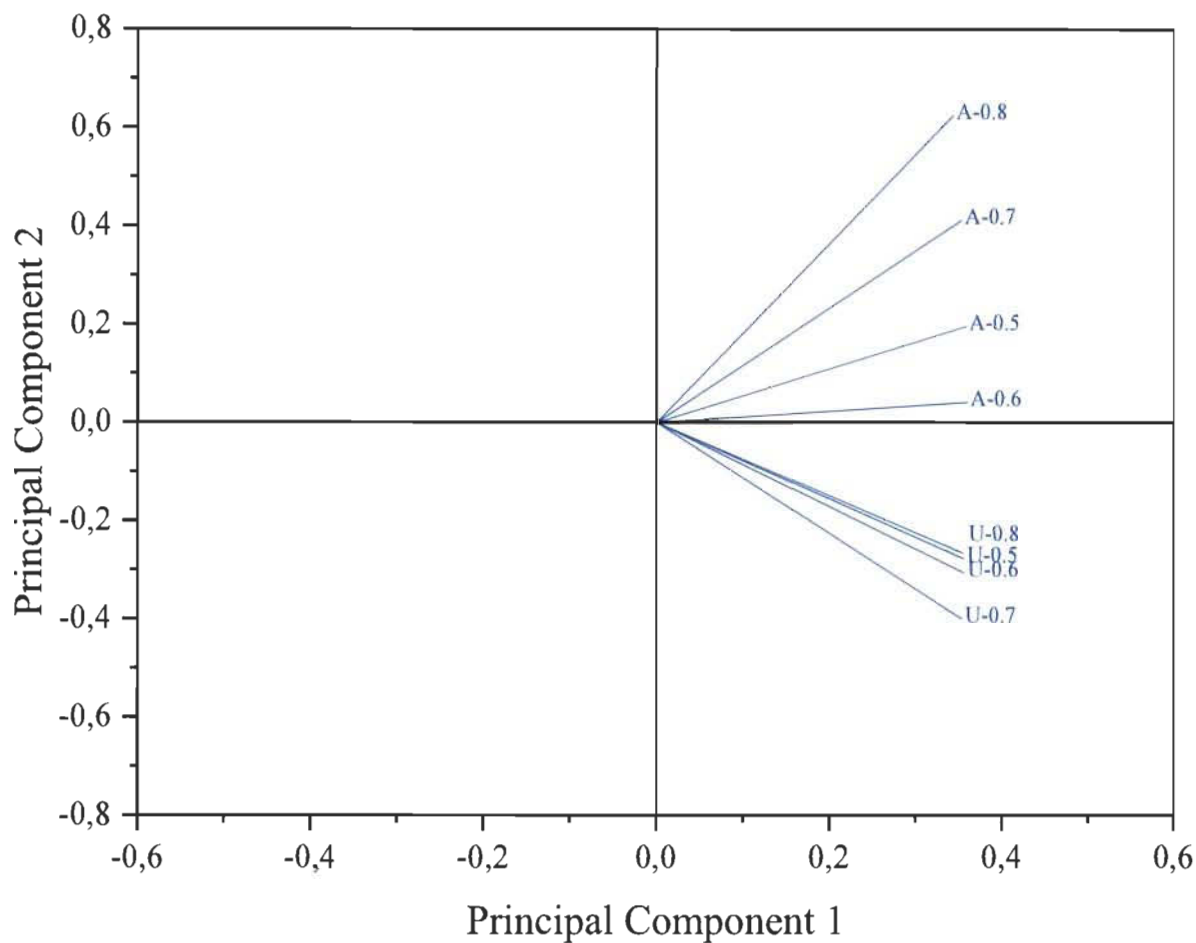


Figure VI.32. Projection par PCA du dommage des éprouvettes saines (U) et vieilles (A) sollicitée à de 0.4 à 0.8 UTS

Table VI.6. Coefficient de corrélation entre les variables de dommage des éprouvettes saines (U) et vieilles (A)

	A-0.8	A-0.7	A-0.6	A-0.5	U-0.8	U-0.7	U-0.6	U-0.5
A-0.8	1	0,99	0,95	0,97	0,89	0,87	0,89	0,89
A-0.7	0,99	1	0,98	0,99	0,94	0,92	0,93	0,93
A-0.6	0,94	0,98	1	0,99	0,97	0,97	0,98	0,98
A-0.5	0,97	0,99	0,99	1	0,96	0,95	0,96	0,97
U-0.8	0,89	0,94	0,97	0,96	1	0,99	0,98	0,97
U-0.7	0,87	0,92	0,97	0,95	0,99	1	0,99	0,99
U-0.6	0,89	0,93	0,98	0,96	0,98	0,99	1	0,99
U-0.5	0,893	0,93	0,98	0,97	0,97	0,99	0,99	1

#### VI.3.2.6. Influence du vieillissement sur le cumul de dommage

La comparaison de la courbe d'évolution de l'énergie acoustique cumulée au cours de la fatigue des éprouvettes vieilles illustre une évolution qui se fait suivant trois phases comme pour les éprouvettes saines (Figure VI.33). On observe une forte augmentation spontanée de l'énergie absolue cumulée à la phase II (indiquée par des flèches sur la Figure VI.33). Les hausses relatives de l'énergie cumulée lors de la phase II pourraient correspondre à un cumul des événements lié à l'augmentation de l'endommagement au sein des éprouvettes. La comparaison de l'histogramme du pourcentage d'évènement en fonction de l'amplitude des éprouvettes vieilles et saines (Figure VI.34) montre une augmentation des événements correspondant à la famille de l'endommagement de l'interface fibre/matrice pour les éprouvettes. On observe en même temps donc une augmentation de l'énergie cumulée à la deuxième de phase de l'énergie cumulée et du nombre d'évènement pour les amplitudes entre 50 à 60 dB. Ces résultats obtenus confirment alors l'augmentation de l'endommagement des éprouvettes vieilles et expliquent le mécanisme qui est à la base de cette augmentation.



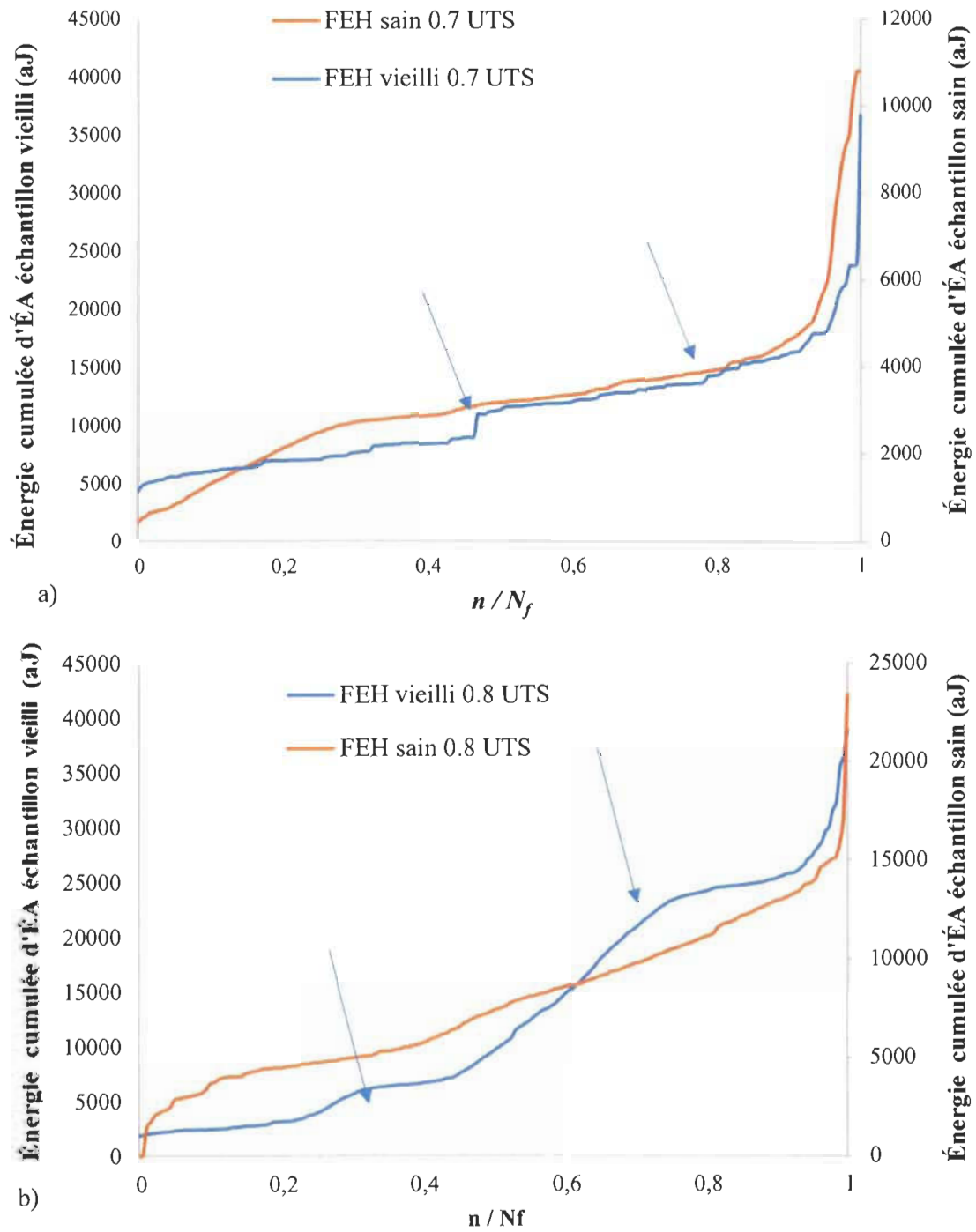


Figure VI.33. Énergie absolue cumulée pour les éprouvettes FEH saines et vieilles sollicitées à 0.7 a) et 0.8 b) UTS

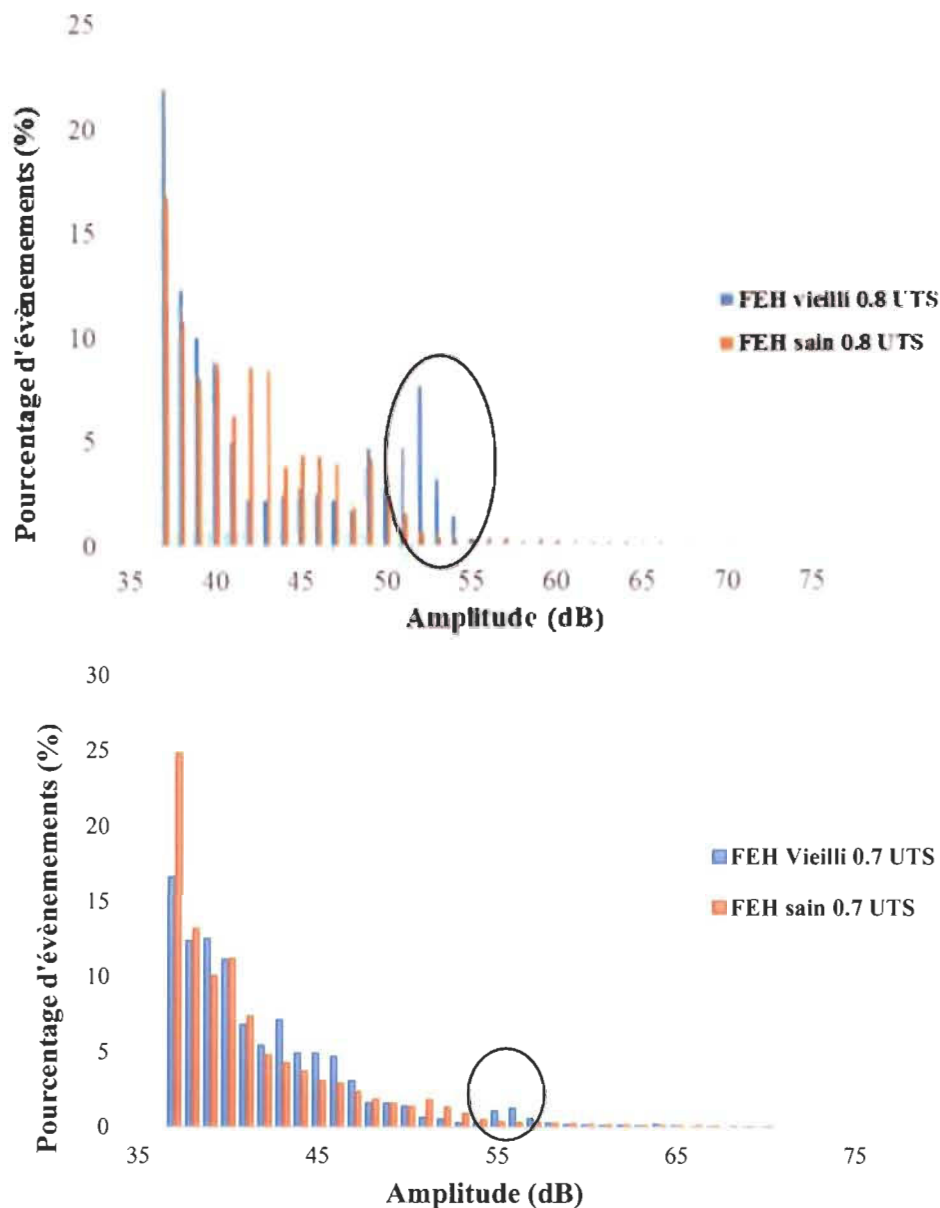


Figure VI.34. Diagramme du nombre de hits en fonction l'amplitude

#### VI.3.2.7. Observations microstructurales des faciès de rupture des échantillons sains et vieillis

La figure VI.35 illustre des faciès de rupture des éprouvettes saines et vieilles obtenus par microscopie électronique à balayage (MEB) à haute résolution. Ces observations microscopiques des faciès de rupture pour les éprouvettes saines et vieilles montrent une présence importante des mécanismes de décohésion fibre/matrice et de déchaussement des fibres. En effet, on observe une décohésion de faisceaux de fibres pour les éprouvettes saines tandis que la décohésion fibre/matrice pour les éprouvettes vieilles se fait de façon individuelle. Ce qui expliquerait les résultats de l'augmentation de ce mécanisme pour les éprouvettes saines des tests de l'émission acoustique.

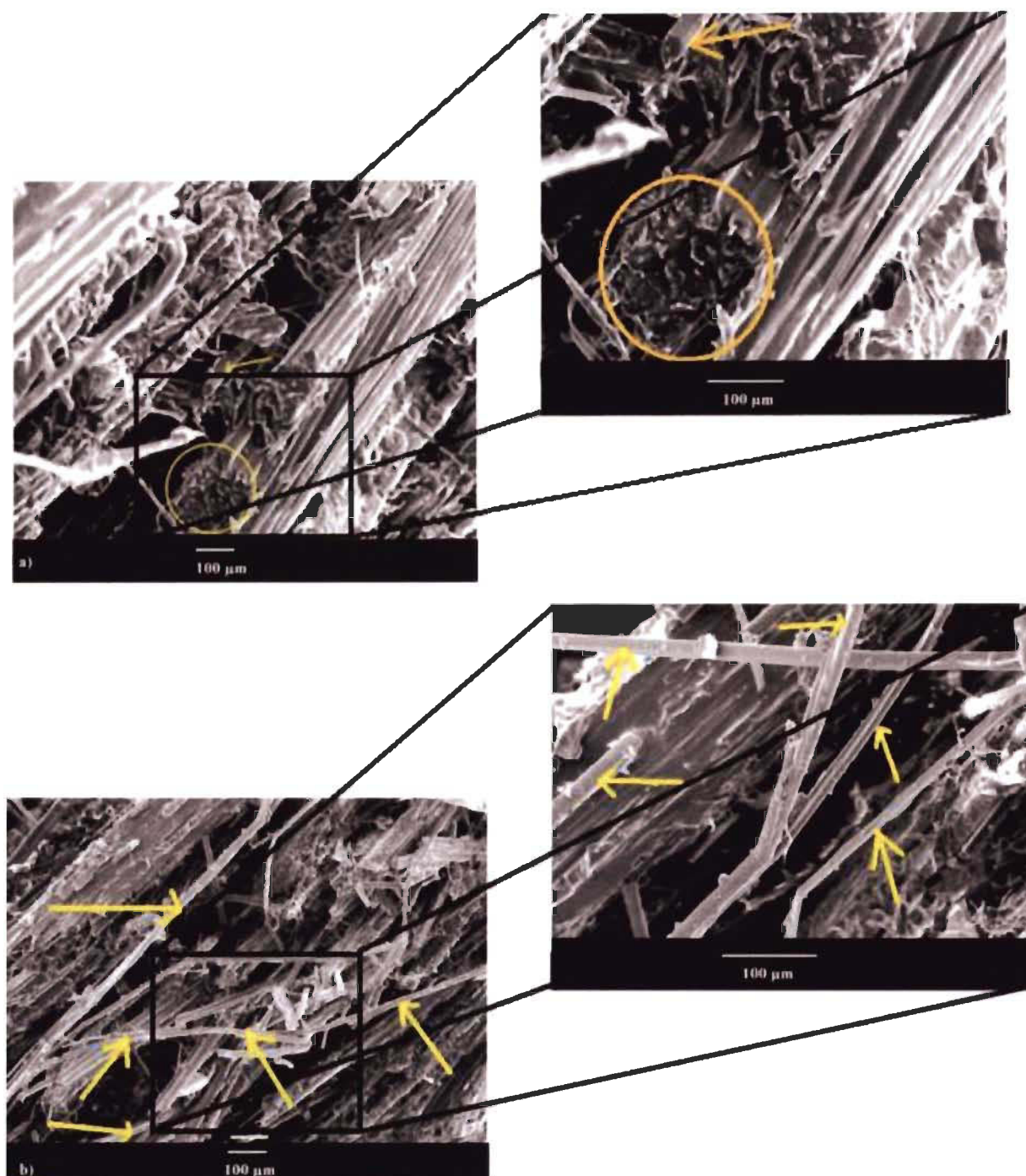


Figure VI.35. Images MEB de faciès de rupture des échantillons FEH sains (a) et vieillis (b)

### VI.3.3. Corrélations entre les différents essais

Les résultats obtenus à travers les différentes analyses des essais de fatigue multi-instrumentés donnent une explication précise et cohérente de l'endommagement par fatigue des éprouvettes FEH lin/époxy et de l'influence du vieillissement hygrothermal sur le comportement en fatigue des éprouvettes FEH. Les mécanismes d'endommagement mis en jeu lors des différents essais de fatigue ont été exposés. Le phénomène de décohésion et de déchaussement des fibres représente

les mécanismes les plus importants qui contribueraient à la rupture de ce matériau. La disparition de l'agent de couplage entre la fibre et matrice observée avec les analyses FTIR affaiblirait donc plus l'interface fibre/matrice ce qui faciliterait davantage la décohésion fibre/matrice des éprouvettes vieilles lors de la fatigue. Ce phénomène engendre la perte de la performance observée pour les éprouvettes vieilles. Les résultats obtenus ont démontré la capacité l'analyse par composante principale à séparer l'évolution de l'endommagement par fatigue des échantillons sains et vieillis quel que soit le niveau de chargement.

#### **VI.4. Vieillissement cyclique immersion/séchage**

##### *VI.4.1. Méthodes expérimentales*

Le vieillissement cyclique consiste à faire subir aux échantillons des cycles d'immersion/séchage dans le but de comprendre l'influence de l'absorption et de désorption cyclique de l'eau sur les propriétés mécaniques. À chaque cycle, les éprouvettes sont immergées dans de l'eau distillée à une température de 23°C jusqu'à ce qu'il atteigne la saturation en masse. Une fois la saturation de masse atteinte, ces éprouvettes subissent un séchage dans un four pendant 48h à 60°C. Cette étude reste essentielle dans le contexte d'exposition externe d'un matériau à des conditions climatiques réelles. Dans la vie courante, les matériaux subissent des cycles d'absorption et de désorption d'humidité et de température variée. Dans notre cas, une étude expérimentale de vieillissement cyclique accélérée a été mise en place en combinant l'effet de la température et de l'absorption d'eau. Dix (10) éprouvettes FEH ont donc subi sept (7) cycles d'immersion/séchage. À chaque deux cycle, deux éprouvettes sont sélectionnées pour subir des essais de traction.

Les mesures de diffraction des rayons X ont été effectuées sur un diffractomètre Siemens D 5000 équipé d'une source d'onde de raie Cu-K. La source est alimentée par un courant de 30 kV. Le balayage est effectué avec un temps de comptage de 1,2 sec et un pas de 0,02°. Les essais ont été exécutés avec un angle de  $2\theta = 5^\circ$  à  $2\theta = 30^\circ$ . L'indice de cristallinité des raies 002 a été déterminé grâce à l'équation VI.4 [127].

$$I_c = \frac{I_{002} - I_{18,5}}{I_{002}} \times 100 \quad (\text{éq.VI.4}).$$

$I_{18,5}$  représente la partie amorphe de la raie et  $I_{002}$  représente à la fois la partie amorphe et cristalline du matériau.

## *VI.4.2. Résultats et discussions*

### *VI.4.2.1. Évolution de l'absorption d'eau*

Les tests de vieillissement cyclique immersion/ séchage ont été effectués sur les échantillons de FEH afin de reproduire les conditions réelles d'exploitation pour une application externe en milieu humide. La figure VI.36 montre l'évolution cyclique d'absorption et de désorption d'eau en fonction de la racine carré du temps pour 7 cycles. On observe une évolution en deux phases de l'absorption d'eau pour chaque cycle comme il en ait précédemment dans le cas d'un vieillissement hygrothermal simple. On constate une légère augmentation du gain de masse à la saturation lorsqu'on augmente en cycle. Le temps d'atteindre la phase de saturation se raccourcit de plus en plus lorsqu'on augmente le nombre de cycle. On observe une augmentation à chaque cycle du gain de masse à la deuxième prise de mesure, c'est à dire après 2 h d'immersion. L'absorption d'eau devient donc de plus en plus rapide. Le volume des éprouvettes après séchage a augmenté (Table VI.7). L'augmentation du taux de diffusion et du volume des éprouvettes après chaque cycle est probablement liée au phénomène de gonflement lié dû à l'absorption d'eau. On observe aussi un phénomène la perte de masse après chaque cycle de vieillissement. Celui-ci est illustré par la figure VI.37. Il faut noter qu'aucun phénomène de dommage ou de défibrillation n'a été observé sur aucune éprouvette durant le vieillissement cyclique. Cette perte de masse serait donc liée à l'hydrolyse de l'agent couplant à l'interface fibre matrice par l'eau comme on l'a constaté lors du vieillissement hygrothermal simple. Des analyses thermogravimétriques et chimiques vont être effectuées par la suite pour évaluer l'impact de cette perte de matière sur les propriétés mécaniques de l'échantillon FEH.

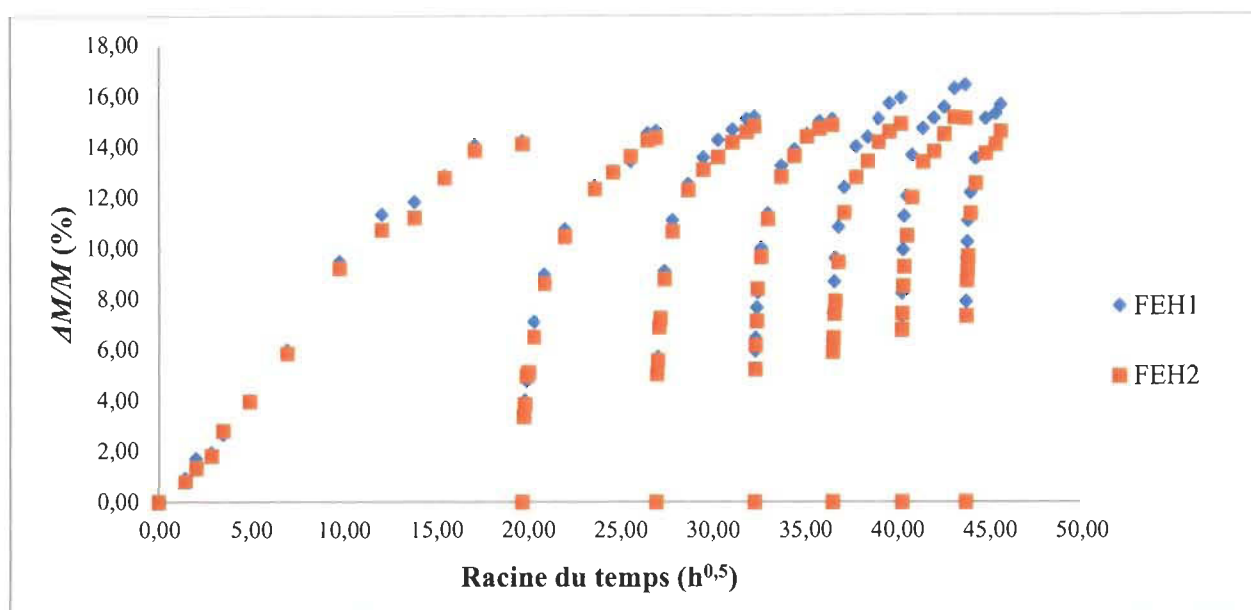


Figure VI.36. Évolution du gain de masse d'eau à chaque cycle en fonction du temps de deux éprouvettes FEH

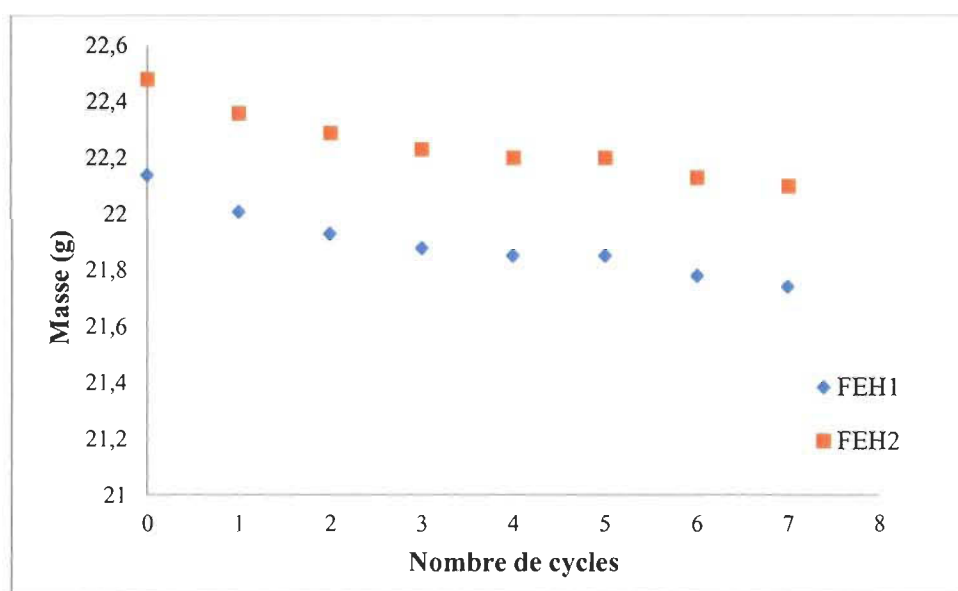


Figure VI.37. Évolution de la masse à la fin de chaque cycle de deux éprouvettes FEH

Table VI.7 Valeur de l'épaisseur des échantillons à chaque cycle

Échantillon	Épaisseur (mm)							
	0 cycle	1 <sup>er</sup> cycle	2 <sup>e</sup> cycle	3 <sup>e</sup> cycle	4 <sup>e</sup> cycle	5 <sup>e</sup> cycle	6 <sup>e</sup> cycle	7 <sup>e</sup> cycle
FEH1	3,04	3,09	3,11	3,14	3,15	3,15	3,14	3,14
FEH2	3,04	3,09	3,12	3,15	3,15	3,15	3,14	3,15



#### VI.4.2.2. Essai quasi statique

Des tests d'impulsion acoustique ont été effectués à chaque fin de cycle sur différentes éprouvettes soumises à la fatigue hygrothermal. La Figure VI.38 montre l'évolution du module dynamique à chaque fin de cycle de deux éprouvettes. On y observe une baisse du module dès le premier cycle jusqu'au 3<sup>e</sup> cycle qui est suivi par une phase de stabilisation du module jusqu'à la fin des cycles. Ce résultat montre que le module des éprouvettes n'est affecté par le vieillissement qu'au début des cycles.

L'évolution des courbes contrainte-déformation obtenues au cours de ces essais de traction a été illustrée par la Figure VI.39. Deux éprouvettes ont été sélectionnées après deux cycles de vieillissement pour subir ces essais de traction. Les éprouvettes ont gardé leur comportement quasi linéaire malgré le cycle de vieillissement. On observe une perte de rigidité dès le premier cycle de vieillissement. La rigidité semble stagner après le premier cycle. La contrainte maximale à la rupture ne semble pas être affectée par le vieillissement cyclique. Elle semble même augmentée avec le cycle de vieillissement. Cette augmentation reste toutefois minime si l'on prend en compte la variabilité au sein du matériau.

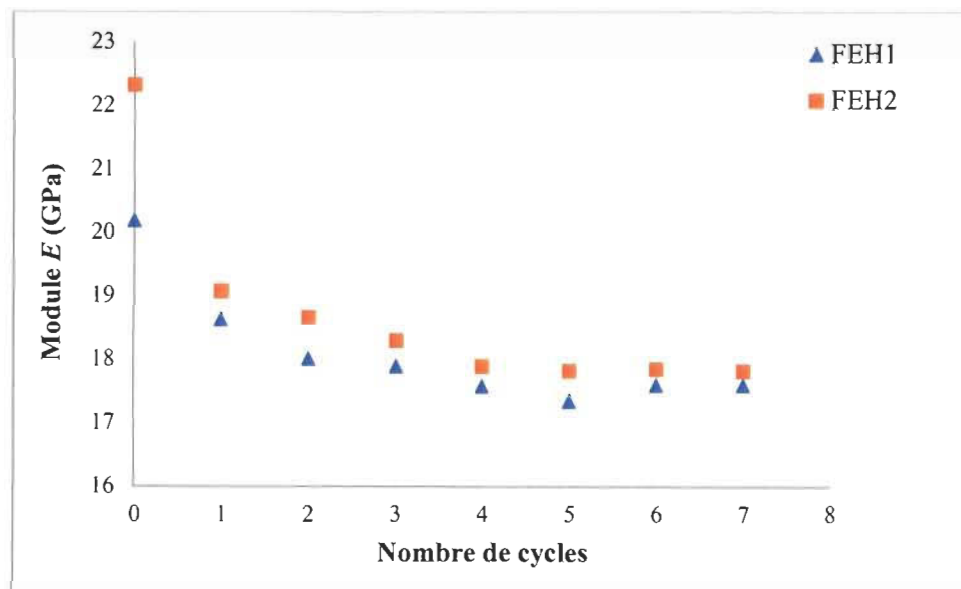


Figure VI.38. Évolution du module dynamique par impulsion acoustique en fonction du nombre de cycles de vieillissement pour deux éprouvettes FEH



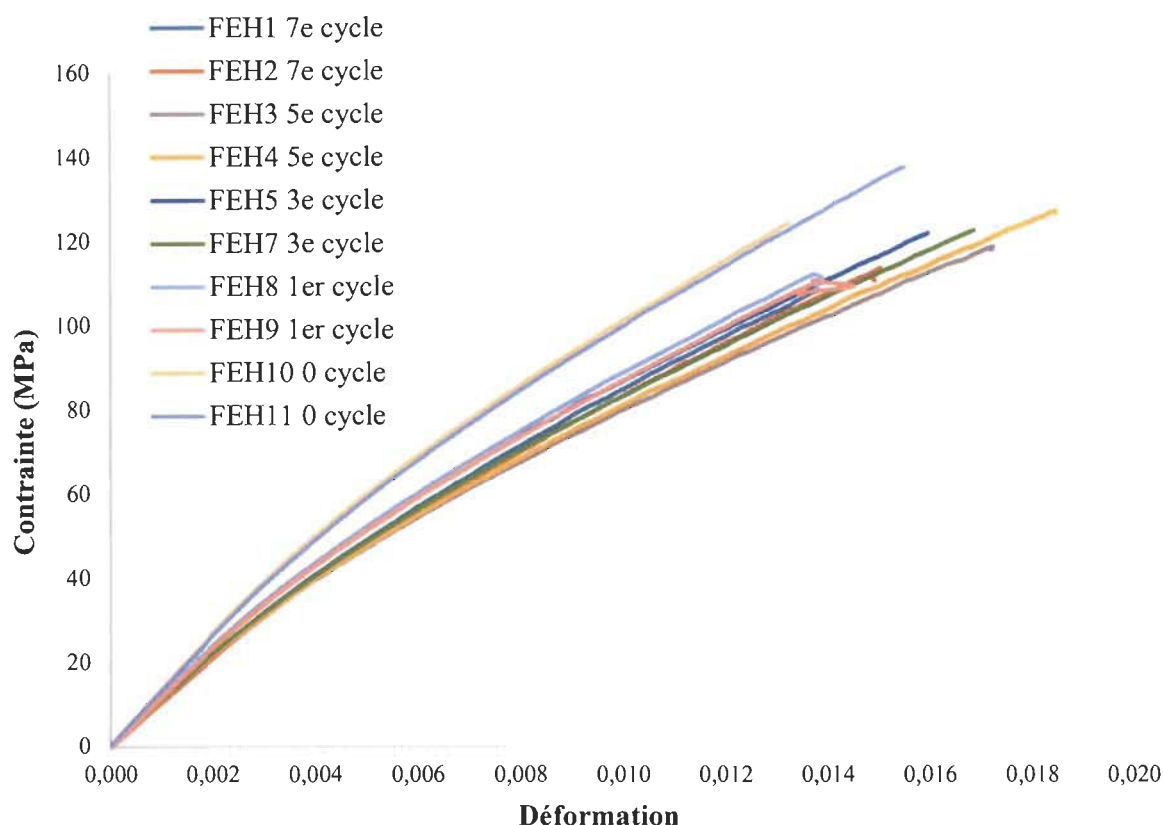


Figure VI.39. Courbes contrainte-déformation des éprouvettes vieilles

La Table VI.8 résume les propriétés mécaniques obtenues à chaque cycle de vieillissement traction. Comme observé en impulsion acoustique, la tendance du module élastique reste identique. Après une perte de rigidité au premier cycle, le vieillissement cyclique ne semble pas avoir d'influence sur la dégradation de la rigidité du matériau après près de 3 mois de vieillissement. On peut observer que la contrainte à la rupture ne semble pas affectée par le vieillissement. La déformation à la rupture a tendance à s'améliorer. D'après les résultats obtenus, le matériau FEH semble présenter une bonne résistance face au vieillissement par fatigue hydrothermal. L'évolution des propriétés mécaniques après vieillissement semble surprenante, à la vue de la perte de masse des éprouvettes et des phénomènes de gonflement que les éprouvettes ont subie après plusieurs cycles d'immersion/séchage pendant plus de 100 jours (2516h). On se serait plutôt attendu à une dégradation significative des propriétés mécaniques de ce matériau comme cela avait été le cas pour Kim et al. [128] lors d'un vieillissement cyclique d'un CFN à base de fibre de sisal. Cette résistance à l'endommagement peut être liée à certaines modifications chimiques au sein du matériau puisque des dégradations physiques sont observées après vieillissement. Des tests FT-IR ont donc été effectués sur les éprouvettes saines et vieilles

à différents cycles en vue de voir si le vieillissement cyclique aurait une influence sur les propriétés chimiques de ce matériau.

Table VI.8 Caractéristiques mécaniques pour différents cycles de vieillissement des éprouvettes FEH

Cycle	Échantillon	Contrainte (MPa)	E (GPa)	Déformation à la rupture
0 (sain)	--	--	--	--
	FEH10	123,74	13,12	1,33
1 <sup>er</sup>	FEH9	111,93	11,68	1,45
	FEH8	110,42	11,54	1,39
3 <sup>e</sup>	FEH7	121,42	11,55	1,71
	FEH5	123,14	10,74	1,60
5 <sup>e</sup>	FEH4	126,47	10,35	1,85
	FEH3	118,14	10,54	1,73
7 <sup>e</sup>	FEH2	113,07	10,89	1,50
	FEH1	108,02	10,52	1,39

#### VI.4.2.3. Influence de la fatigue hygrothermal sur les propriétés chimiques et thermiques

La Figure VI.40 illustre les différents spectres observés sur les éprouvettes saines et vieilles au 1<sup>er</sup> et 7<sup>e</sup> cycle de vieillissement. On observe la disparition du pic autour de la bande 2100-2200  $\text{cm}^{-1}$  qui est caractéristique de la vibration des groupements nitriles ( $-\text{C}\equiv\text{N}$ ) dès le premier cycle de vieillissement. On note toutefois la présence des traces de cette liaison sur certaines éprouvettes. En effet, le degré de substitution provenant du processus de cyanoéthylation sur les fibres de lin ou de leur hydrolyse par l'eau de cette liaison après vieillissement est difficile à mesurer par le FT-IR en raison de l'hétérogénéité chimique du lin. On pourrait donc retrouver des traces de ce groupement dans certains échantillons vieillis, mais pas sur d'autres échantillons. On observe aussi sur cette figure que les fréquences de vibration moléculaire liées aux constituants des fibres ou de la matrice ne sont aucunement affectées par le vieillissement par fatigue hygrothermal.

Les analyses de FT-IR montrent que seul le liant du groupement nitrile est évacué par l'eau lors du vieillissement hygrothermal. L'évacuation à long terme de ce liant pourrait donc expliquer la perte de masse observée au cours de la fatigue hygrothermale. La disparition de ce groupement

nitrile sur les fibres pourrait permettre à la cellulose de retrouver sa cristallinité. Des études ont montré l'effet bénéfique des traitements des fibres sur la résistance à l'absorption d'eau des CFN [129]. Les études de Ron et al. [100] ont démontré que le traitement chimique des fibres par cyanoéthylation dégrade la cristallinité des celluloses, ce qui impacte directement la contrainte mécanique à la rupture des fibres. Ils ont aussi montré que les composites de sisal/époxy voient leur module et leur contrainte en traction diminuer lorsque les fibres de sisal sont traitées avec ce procédé. L'effet de l'hydrolyse des liaisons nitriles pourrait donc être la cause de la stabilisation des propriétés mécaniques malgré l'augmentation de l'endommagement causée par le vieillissement cyclique. On pourrait donc conclure à l'existence de deux phénomènes lors du vieillissement hygrothermal par fatigue qui sont : 1) la dégradation physique du composite causée par la diffusion de l'eau au sein du composite et 2) l'amélioration de la cristallinité des celluloses initiée par l'hydrolyse de l'agent couplant. L'amélioration de la cristallinité des celluloses contrebalance donc l'endommagement physique causé par la diffusion. Ceci expliquerait cette rétention des éprouvettes à se dégrader au cours de la fatigue hygrothermale.

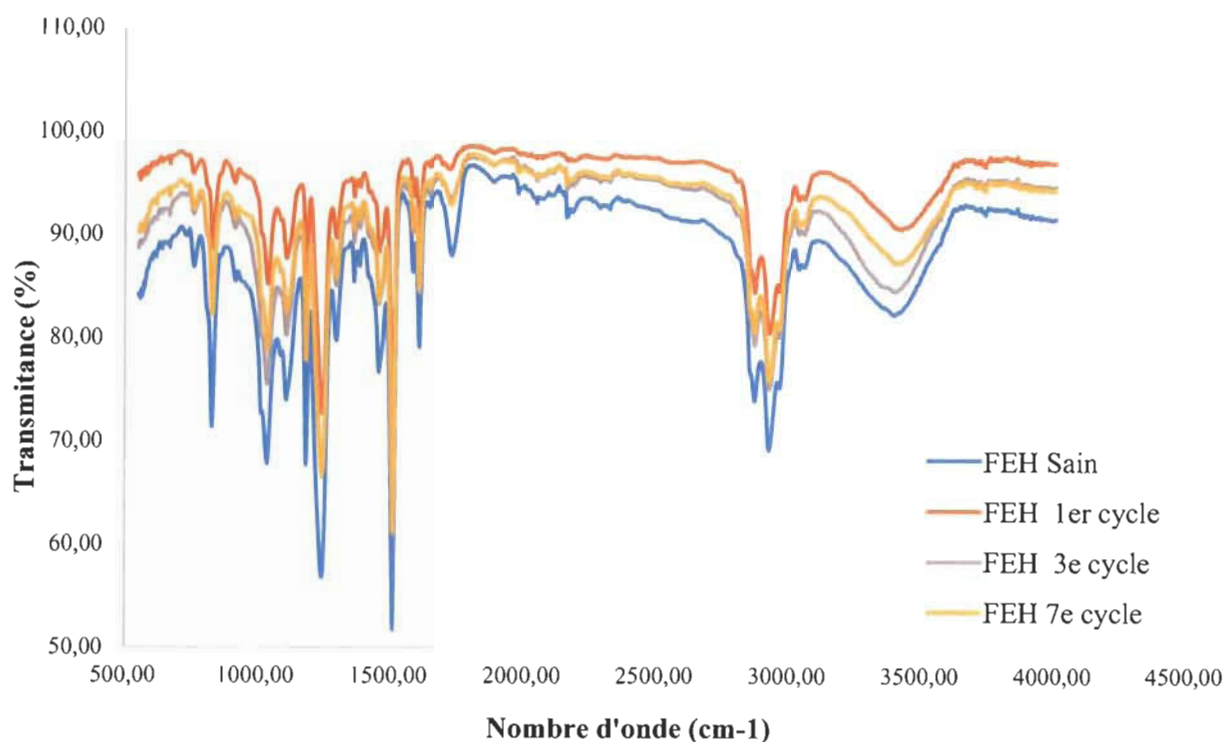


Figure VI.40. Spectres FTIR des échantillons FEH sains, FEH vieillis au 1er et 7e cycle.

Les analyses thermogravimétriques illustrées par la Figure VI.41 montrent un décalage de la courbe de variation de masse vers les hautes températures lorsqu'on augmente de cycle de vieillissement. L'augmentation de la température de décomposition de la cellulose est de 9°C

après vieillissement des éprouvettes. On observe donc une amélioration de la stabilité thermique de ce matériau après chaque cycle de vieillissement. Cette amélioration de la stabilité thermique de la fibre pourrait être liée à l'hydrolyse du groupement nitrile utilisé pour la fonctionnarisation des fibres et aussi au phénomène de recristallisation des celluloses après le nettoyage des fibres.

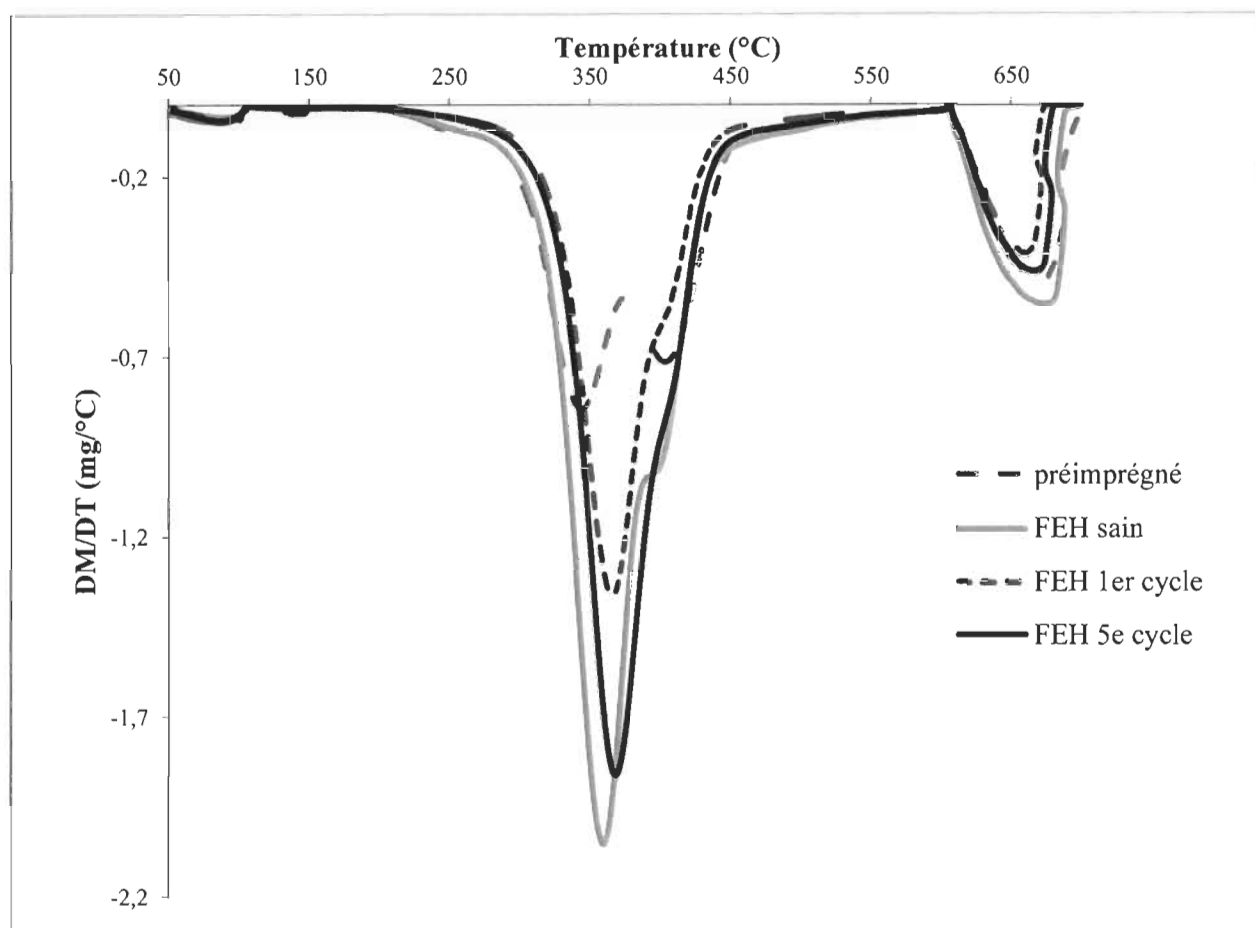


Figure VI.41. Courbes DTG des échantillons préimprégnés, sains, vieillis après au 1<sup>er</sup> cycle et au 5<sup>e</sup> cycle

Les tests de diffractions X effectués sur les échantillons sains et vieillis (1<sup>er</sup> et 7<sup>e</sup> cycle) sont représentés sur la Figure VI.42. Les diffractogrammes obtenus correspondent essentiellement à ceux de la partie cristalline de la cellulose. La résine époxy et les autres constituants de la fibre ne présentent pas généralement de cristallinité. On y observe un pic à  $29^\circ$  qui n'a pas été formellement identifié. Cela pourrait provenir des traces de grains du mortier en céramique utilisé pour mouler les échantillons. Tous les diffractogrammes présentent un pic cristallin majeur pour un angle  $2\theta$  de  $22,7^\circ$ . Ce pic correspond au plan cristallin (200) de la cellulose et le pic qui est présent à  $2\theta = 15,1^\circ$  correspond au plan cristallin (110) de la phase semi-cristalline de la cellulose [130, 131]. La comparaison de ces diffractogrammes montre que le vieillissement modifie la

cinétique de cristallisation de la cellulose. Au premier cycle du vieillissement, la phase amorphe de la cellulose qui présente un angle  $2\theta$  autour de  $18^\circ$  diminue aux dépens de la cristallisation de la cellulose. En effet, la zone amorphe des microfibrilles de cellulose qui est la zone la plus accessible et la plus réactive aux agents chimiques retrouverait une certaine cristallinité après l'hydrolyse par l'eau de l'agent de traitement. Cela pourrait justifier l'augmentation de la cristallinité obtenue (Table VI.9). Au 7<sup>e</sup> cycle de vieillissement, on observe une diminution de l'indice de cristallinité lié au phénomène d'endommagement et de perte de possible de celluloses au sein du matériau.

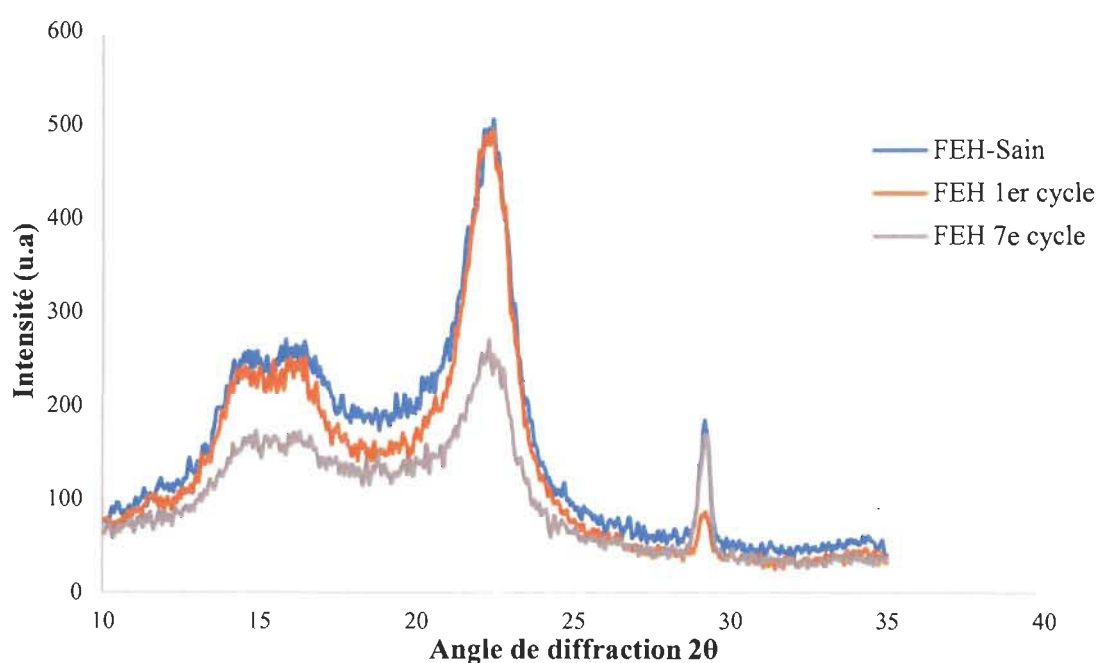


Figure VI.42. Diagramme de diffraction X des éprouvettes FEH saines et vieillies au 1<sup>er</sup> et au 7<sup>e</sup> cycle

Table VI.9. Les valeurs des intensités des raies  $I_{002}$  et  $I_{18,5}$

Échantillon	$I(2\theta=22,7^\circ)$	$I(2\theta=18,5^\circ)$	$I_c$ (%)
FEH Sain	406	191	52,96
Feh-1 <sup>er</sup> cycle	411	152	63,02
FEH 5 <sup>e</sup> cycle	321	131	59,19
Feh-7 <sup>e</sup> cycle	240	115	52,08

## VI.5. Conclusion

Dans ce chapitre le comportement mécanique par vieillissement cyclique à long terme des échantillons quasi isotropes FEH de lin/époxy a été étudié. Les études de durabilité montrent une bonne performance en fatigue de ces échantillons comparés à d'autres configurations de lin/époxy dans la littérature.

L'analyse des variables de fatigue a montré que la déformation minimale est la variable pouvant le mieux expliquer l'évolution de l'endommagement. Les autres variables comme la rigidité et l'énergie dissipée sont influencées par le phénomène de redressement de microfibrilles qui se déroule au même moment que les phénomènes de l'endommagement lors de la fatigue. Le modèle basé sur la méthode de Hwang a été utilisé pour définir l'évolution du dommage dans ce composite.

Les essais de fatigue sur les éprouvettes vieilles par la méthode hygrothermale ont montré une perte de la performance en fatigue de ce composite. Les études d'évaluation de l'endommagement par émission acoustique ou par analyse microstructurale ont démontré que cette perte de performance est liée à la fragilisation de l'interface fibre/matrice par la diffusion de l'eau. La méthode d'analyse par composant principal a aussi montré que l'évolution de l'endommagement au sein des éprouvettes saines diffère de celle des éprouvettes vieilles.

Les tests de vieillissement cyclique ont montré une bonne résistance mécanique après un vieillissement de 104 jours. Malgré la présence de l'endommagement lié au phénomène de gonflement, la bonne résistance au vieillissement cyclique pourrait être liée à l'amélioration de la cristallisation des celluloses après que celles-ci ont été dépourvues du liant utilisé pour le traitement des fibres par un phénomène d'hydrolyse. Les analyses thermogravimétriques et cristallographiques confirment cette hypothèse. Ce phénomène de cristallisation retarde donc l'endommagement par vieillissement cyclique de l'échantillon lin/époxy.

## **VII. CHAPITRE VII : CONCLUSIONS**



Dans ce rapport de thèse, on a ressorti les différents aspects de l'étude du comportement à long terme des composites à fibres naturelles à base de fibres de lin et à résine époxy. Ce travail a plus mis l'accent sur l'évaluation du comportement par fatigue et par vieillissement environnemental de ce matériau.

### **VII.1. Retour sur les objectifs**

Au cours de ces dernières décennies, les composites à fibres naturelles (CFN) suscitent un fort engouement auprès des ingénieurs pour des applications de structure du fait de ces propriétés mécaniques et écologiques assez intéressantes. Une revue bibliographique faite dans ce travail sur les composites à fibres naturelles a permis de faire ressortir certaines problématiques liées à l'étude de l'évaluation de leur comportement à long terme. Les difficultés rencontrées lors de l'étude du comportement à long terme des CFN proviennent de deux sources majeures qui sont :

- la variabilité des résultats liés à la nature hétérogène des fibres naturelles.
- la complexité de l'étude du comportement à long terme des composites en général. La particularité pour les CFN est surtout liée à la difficulté d'analyse et d'interprétation de l'endommagement des CFN lorsqu'ils sont sollicités à des chargements à long terme.

Bien que les informations concernant le comportement à long terme des CFN soient peu nombreuses dans la littérature, les quelques revues trouvées ont permis d'effectuer une synthèse des études qui sont menées jusqu'à présent et de faire ressortir de nouvelles pistes pour l'étude de la durabilité des CFN. L'objectif principal qui a donc été fixé dans ce travail était de comprendre et d'évaluer le comportement en fatigue et par vieillissement environnemental du lin/époxy. Cet objectif principal a été subdivisé en trois sous objectifs :

- Comprendre le comportement mécanique spontané de ce matériau et de pouvoir évaluer l'influence du vieillissement environnemental sur ces propriétés mécaniques, physiques, thermiques et chimiques.
- Comprendre le comportement mécanique à long terme par fatigue de ce composite et l'influence du vieillissement hygrothermal sur l'évolution des propriétés mécaniques en fatigue.
- Évaluer le comportement mécanique spontané de ce matériau face au vieillissement par fatigue hygrothermale.

## VII.2. Résultats importants

Face aux objectifs définis dans ce travail, le comportement mécanique de quatre différentes configurations de stratifiés de lin/époxy a été évalué en premier lieu au chapitre IV ainsi que leurs mécanismes d'endommagement suite à des sollicitations en traction. Les résultats obtenus démontrent l'influence de l'orientation des fibres, de la proportion de fibres et du procédé de fabrication sur le comportement mécanique en traction du composite lin/époxy. Les résultats montrent aussi que les mécanismes d'endommagement sont fortement liés à la configuration du stratifié.

Le stratifié lin/époxy de configuration  $[0_2/90_2/\pm 45]_s$  nommé FEH a été choisi par la suite pour l'étude du vieillissement hygrothermal du fait de son caractère quasi isotrope. Les résultats de cette étude de vieillissement hygrothermal sur cet échantillon ont montré une forte absorption d'eau de cet échantillon qui est liée à la présence importante des fibres naturelles au sein de ce matériau. Les résultats ont montré que l'influence du vieillissement hydrothermal sur le comportement mécanique est due au changement des propriétés physiques et chimiques apporté par l'absorption d'eau. Des résultats FTIR ont montré que l'absorption d'eau par l'échantillon a créé une hydrolyse d'un groupement cyanoéthylène qui est un composé utilisé pour le traitement des fibres. L'hydrolyse de ce groupement au sein du matériau est combinée avec le processus de gonflement dû à la forte absorption d'eau par les fibres ; ces deux phénomènes génèrent un nouveau comportement mécanique du composite après son vieillissement. Les analyses par thermogravimétrie ont montré que le vieillissement hygrothermal a une amélioration de la température de début de décomposition pour ce composite. Les résultats obtenus ont poussés par la suite à faire des analyses plus approfondies aux rayons X ce qui a permis de constater que l'hydrolyse du cyanoéthylène génère une amélioration de la cristallinité de ce matériau. On pourrait donc conclure face à ces résultats obtenus que l'hydrolyse aurait plus un rôle d'amélioration des propriétés mécaniques. On assisterait donc à deux phénomènes antagonistes lors du vieillissement de ce matériau. Ces deux phénomènes sont la cristallisation des celluloses qui est générée par l'hydrolyse et l'endommagement qui est généré par le gonflement.

Les études du comportement à long terme ont été effectuées au chapitre VI. Le comportement en fatigue a été préalablement étudié. Différentes techniques d'évaluation de l'endommagement ont été utilisées et mises en place comme le couplage des essais de fatigue avec l'émission acoustique et la thermographie infrarouge. Ces méthodes ont permis de suivre et d'analyser le comportement

en fatigue, et plus particulièrement l'évolution de l'endommagement en fatigue du quasi isotrope lin/époxy sain et vieilli. Un modèle phénoménologique basé sur l'évolution de la déformation minimale a permis de décrire l'évolution du dommage au sein de ce matériau. Les résultats des essais de fatigue ont aussi montré la bonne performance en fatigue de ce matériau. Cette performance en fatigue est affectée par le vieillissement hygrothermal. L'analyse par composante principale a permis de constater la différence dans l'évolution de l'endommagement des éprouvettes saines et vieilles. Ce comportement différent de l'évolution de l'endommagement des échantillons sains et vieillis a été confirmé par les résultats de l'émission acoustique. Les analyses combinées de l'émission acoustique et de la microscopie électronique par balayage ont montré l'augmentation du phénomène de décohésion fibre/matrice au sein des échantillons vieillis lors de la fatigue.

Le dernier volet de l'étude du comportement à long terme de ce matériau qui concerne le vieillissement cyclique par immersion/séchage a été abordé à la fin du chapitre VI. Les résultats ont montré une bonne résistance mécanique de ce matériau face au vieillissement cyclique. Cette performance du comportement mécanique face au vieillissement cyclique a été analysée en détail par les tests chimiques, thermiques et cristallographiques. Les résultats ont montré un phénomène de cristallisation des celluloses causé par l'hydrolyse du cyanoéthylène utilisé pour le traitement des fibres ralentirait le processus de dégradation des propriétés mécaniques du matériau.

On peut conclure au vu des différents résultats obtenus au cours de ce travail que cette étude fait sur le stratifié lin /époxy a permis de lever un certain voile sur le comportement à long terme par fatigue et par vieillissement hygrothermal des composites à fibres naturelles.

### **VII.3. Perspectives**

Pour une poursuite de ce travail afin de permettre une transposition quantitative aux composites à fibres naturelles de façon générale, on propose certaines perspectives suivantes :

La première serait de prendre en considération la variabilité de la durée de vie en fatigue par une approche stochastique afin de modéliser la durée de vie de façon adéquate. Un modèle qui prend en compte la variabilité qui se base sur la chaîne de Markov a été proposé dans l'annexe de cette thèse. Mais cela nécessiterait une quantité assez importante d'éprouvettes à tester afin de pouvoir avoir un modèle plus fiable.

La seconde piste de recherche serait d'étudier l'influence d'autres facteurs environnementaux comme les rayons ultra-violet sur le comportement mécanique de ce matériau. On pourrait aussi

associer l'effet combiné des différents paramètres environnementaux (rayons UV, température, eau) afin d'évaluer leur impact sur le comportement à long terme du lin/époxy.

Vu le contexte géopolitique actuel, une dernière perspective serait peut-être d'utiliser les fibres de lin du Canada afin d'effectuer ces différentes études pour évaluer leur comportement face à des sollicitations mécaniques et environnementales à long terme.

## Liste des références

- [1] M. M. Shokrieh and F. Taheri-Behrooz, "A unified fatigue life model based on energy method," *Composite Structures*, vol. 75, pp. 444-450, 9// 2006.
- [2] J. Petermann and A. Plumtree, "A unified fatigue failure criterion for unidirectional laminates," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 32, pp. 107-118, 1// 2001.
- [3] A. Plumtree and G. X. Cheng, "A fatigue damage parameter for off-axis unidirectional fibre-reinforced composites," *International Journal of Fatigue*, vol. 21, pp. 849-856, 9// 1999.
- [4] D. U. Shah, "Damage in biocomposites: Stiffness evolution of aligned plant fibre composites during monotonic and cyclic fatigue loading," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*.
- [5] A. Fotouh and J. Wolodko, "Fatigue behavior of natural fiber reinforced thermoplastic composites in dry and wet environments," in *ASME 2011 International Mechanical Engineering Congress and Exposition, IMECE 2011*, 2011, pp. 71-77.
- [6] B. Madsen and E. K. Gamstedt, "Wood versus plant fibers: Similarities and differences in composite applications," *Advances in Materials Science and Engineering*, vol. 2013, 2013.
- [7] C. Baillie, *Green composites: polymer composites and the environment*: Elsevier, 2004.
- [8] F. Ahmad, H. S. Choi, and M. K. Park, "A review: Natural fiber composites selection in view of mechanical, light weight, and economic properties," *Macromolecular Materials and Engineering*, 2014.
- [9] L. Yan, N. Chouw, and K. Jayaraman, "Flax fibre and its composites – A review," *Composites Part B: Engineering*, vol. 56, pp. 296-317, 1// 2014.
- [10] K. F. Sodoke, L. Laperrière, L. Toubal, and R. S. Khakestar, "Fuzzy logic response to Young's modulus characterization of a flax–epoxy natural fiber composite," *Materials & Design*, vol. 89, pp. 273-285, 2016.
- [11] E. H. Saidane, D. Scida, M. Assarar, and R. Ayad, "Effects of manufacturing process and water ageing on the mechanical behaviour of two reinforced composites: Flax-fibres and glass-fibres," in *16th European Conference on Composite Materials, ECCM 2014*, 2014.
- [12] D. U. Shah, P. J. Schubel, and M. J. Clifford, "Can flax replace E-glass in structural composites? A small wind turbine blade case study," *Composites Part B: Engineering*, vol. 52, pp. 172-181, 9// 2013.
- [13] Z. N. Azwa, B. F. Yousif, A. C. Manalo, and W. Karunasena, "A review on the degradability of polymeric composites based on natural fibres," *Materials and Design*, vol. 47, pp. 424-442, // 2013.
- [14] M. Assarar, D. Scida, A. El Mahi, C. Poilâne, and R. Ayad, "Influence of water ageing on mechanical properties and damage events of two reinforced composite materials: Flax–fibres and glass–fibres," *Materials & Design*, vol. 32, pp. 788-795, 2// 2011.
- [15] N. E. Zafeiropoulos, *Interface engineering of natural fibre composites for maximum performance*: Elsevier, 2011.
- [16] T. H. Mokhothu and M. J. John, "Review on hygroscopic aging of cellulose fibres and their biocomposites," *Carbohydrate Polymers*, vol. 131, pp. 337-354, 10/20/ 2015.
- [17] J. VERDU, *Action de l'eau sur les plastiques*: Ed. Techniques Ingénieur, 2000.
- [18] M. Zaki Abdullah, Y. Dan-mallam, and P. S. M. Megat Yusoff, "Effect of Environmental Degradation on Mechanical Properties of Kenaf/Polyethylene Terephthalate Fiber Reinforced Polyoxymethylene Hybrid Composite," *Advances in Materials Science and Engineering*, vol. 2013, 2013.
- [19] G. Cristaldi, A. Latteri, G. Recca, and G. Cicala, "Composites based on natural fibre fabrics," *Woven fabric engineering*, pp. 317-342, 2010.
- [20] J. R. Araújo, W. R. Waldman, and M. A. De Paoli, "Thermal properties of high density polyethylene composites with natural fibres: Coupling agent effect," *Polymer Degradation and Stability*, vol. 93, pp. 1770-1775, 2008.

- [21] M. M. Kabir, H. Wang, K. T. Lau, and F. Cardona, "Chemical treatments on plant-based natural fibre reinforced polymer composites: An overview," *Composites Part B: Engineering*, vol. 43, pp. 2883-2892, 10// 2012.
- [22] F. Yao, Q. Wu, Y. Lei, W. Guo, and Y. Xu, "Thermal decomposition kinetics of natural fibers: Activation energy with dynamic thermogravimetric analysis," *Polymer Degradation and Stability*, vol. 93, pp. 90-98, 1// 2008.
- [23] L. C. Hollaway, "A review of the present and future utilisation of FRP composites in the civil infrastructure with reference to their important in-service properties," *Construction and Building Materials*, vol. 24, pp. 2419-2445, 2010.
- [24] L. B. Manfredi, E. S. Rodríguez, M. Wladyka-Przybylak, and A. Vázquez, "Thermal degradation and fire resistance of unsaturated polyester, modified acrylic resins and their composites with natural fibres," *Polymer Degradation and Stability*, vol. 91, pp. 255-261, 2006.
- [25] M. I. Popa, S. Pernevan, C. Sirghie, I. Spiridon, D. Chambre, D. M. Copolovici, *et al.*, "Mechanical Properties and Weathering Behavior of Polypropylene-Hemp Shives Composites," *Journal of Chemistry*, 2013.
- [26] A. Thuault, S. Eve, D. Blond, J. Bréard, and M. Gomina, "Effects of the hygrothermal environment on the mechanical properties of flax fibres," *Journal of Composite Materials*, vol. 48, pp. 1699-1707, 2014.
- [27] R. Jacques, "Fatigue des matériaux composites renforcés de fibres continues," *Techniques de l'ingénieur Caractérisation et propriétés d'usage des composites*, vol. base documentaire : TIB144DUO, 2010.
- [28] H. Mao and S. Mahadevan, "Fatigue damage modelling of composite materials," *Composite Structures*, vol. 58, pp. 405-410, 2002.
- [29] S. Giancane, F. W. Panella, and V. Dattoma, "Characterization of fatigue damage in long fiber epoxy composite laminates," *International Journal of Fatigue*, vol. 32, pp. 46-53, 2010.
- [30] F. Wu and W. Yao, "A fatigue damage model of composite materials," *International Journal of Fatigue*, vol. 32, pp. 134-138, 2010.
- [31] J. Ferreira, J. Costa, P. Reis, and M. Richardson, "Analysis of fatigue and damage in glass-fibre-reinforced polypropylene composite materials," *Composites science and technology*, vol. 59, pp. 1461-1467, 1999.
- [32] H. Whitworth, "A stiffness degradation model for composite laminates under fatigue loading," *Composite structures*, vol. 40, pp. 95-101, 1997.
- [33] T. K. O'Brien and K. L. Reifsnider, "Fatigue damage: stiffness/strength comparison for composite materials," *Journal of Testing and Evaluation*, vol. 5, pp. 384-393, 1977.
- [34] L. Toubal, M. Karama, and B. Lorrain, "Damage evolution and infrared thermography in woven composite laminates under fatigue loading," *International Journal of Fatigue*, vol. 28, pp. 1867-1872, 2006.
- [35] V. Dattoma and S. Giancane, "Evaluation of energy of fatigue damage into GFRC through digital image correlation and thermography," *Composites Part B: Engineering*, vol. 47, pp. 283-289, 4// 2013.
- [36] C. Dharan and T. Tan, "A hysteresis-based damage parameter for notched composite laminates subjected to cyclic loading," *Journal of materials science*, vol. 42, pp. 2204-2207, 2007.
- [37] V. Natarajan, H. V. Gangarao, and V. Shekar, "Fatigue response of fabric-reinforced polymeric composites," *Journal of composite materials*, vol. 39, pp. 1541-1559, 2005.
- [38] H. Whitworth, "Evaluation of the residual strength degradation in composite laminates under fatigue loading," *Composite structures*, vol. 48, pp. 261-264, 2000.
- [39] J. N. Yang, "Fatigue and residual strength degradation for graphite/epoxy composite under tension-compression cyclic loadings," *Journal of Composite Materials*, vol. 12, pp. 19-39, 1978.
- [40] V. Passipoularidis and T. Philippidis, "Strength degradation due to fatigue in fiber dominated glass/epoxy composites: a statistical approach," *Journal of composite materials*, 2009.
- [41] M. Owen and R. Howe, "The accumulation of damage in a glass-reinforced plastic under tensile and fatigue loading," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 5, p. 1637, 1972.



- [42] W. Hwang and K. S. Han, "Fatigue of composites—fatigue modulus concept and life prediction," *Journal of Composite Materials*, vol. 20, pp. 154-165, 1986.
- [43] S. Liang, "Etude de comportement en fatigue des composites renforcés par fibres végétales. Prise en compte de la variabilité des propriétés," Ph.D, Science pour l'ingénieur et microtechniques, UNIVERSITE DE BOURGOGNE, France, 2012.
- [44] I. Widyatmoko, C. Ellis, and J. Read, "The application of the dissipated energy method for assessing the performance of polymer-modified bituminous mixtures," *Materials and Structures*, vol. 32, pp. 304-310, 1999.
- [45] I. Widyatmoko, C. Ellis, and J. Read, "Energy dissipation and the deformation resistance of bituminous mixtures," *Materials and Structures*, vol. 32, pp. 218-223, 1999.
- [46] F. Lacroix, S. Méo, G. Berton, F. Chalon, A. Tougui, and N. Ranganathan, "A local criterion for fatigue crack initiation on chloroprene rubber: approach in dissipation," in *constitutive models for rubber proceedings*, 2005, p. 77.
- [47] J.-L. Poisson, "Détermination d'un critère de fatigue multiaxial appliqué à un élastomère synthétique," Université François Rabelais-Tours, 2012.
- [48] J.-M. Park, W.-G. Shin, and D.-J. Yoon, "A study of interfacial aspects of epoxy-based composites reinforced with dual basalt and SiC fibres by means of the fragmentation and acoustic emission techniques," *Composites science and technology*, vol. 59, pp. 355-370, 1999.
- [49] A. Likas, N. Vlassis, and J. J. Verbeek, "The global k-means clustering algorithm," *Pattern Recognition*, vol. 36, pp. 451-461, 2// 2003.
- [50] M. Johnson, "Waveform based clustering and classification of AE transients in composite laminates using principal component analysis," *NDT & E International*, vol. 35, pp. 367-376, 2002.
- [51] D. L. Davies and D. W. Bouldin, "A Cluster Separation Measure," *IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence*, vol. PAMI-1, pp. 224-227, 1979.
- [52] D. Aggelis, I. Spiridon, and T. Matikas, "Acoustic emission for fatigue damage monitoring in cross-welded aluminum plates," in *SPIE Smart Structures and Materials+ Nondestructive Evaluation and Health Monitoring*, 2013, pp. 86930J-86930J-8.
- [53] T. Roberts and M. Talebzadeh, "Fatigue life prediction based on crack propagation and acoustic emission count rates," *Journal of Constructional Steel Research*, vol. 59, pp. 679-694, 2003.
- [54] J. Kim and P. Liaw, "Tensile fracture behavior of nicalon/SiC composites," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 38, pp. 2203-2213, 2007.
- [55] E. Kordatos, K. Dassios, D. Aggelis, and T. Matikas, "Rapid evaluation of the fatigue limit in composites using infrared lock-in thermography and acoustic emission," *Mechanics Research Communications*, vol. 54, pp. 14-20, 2013.
- [56] H. Anuar, S. Ahmad, R. Rasid, S. Surip, T. Czigany, and G. Romhany, "Essential work of fracture and acoustic emission study on TPNR composites reinforced by kenaf fiber," *Journal of Composite Materials*, vol. 41, pp. 3035-3049, 2007.
- [57] T. Czigány, "Special manufacturing and characteristics of basalt fiber reinforced hybrid polypropylene composites: mechanical properties and acoustic emission study," *Composites science and technology*, vol. 66, pp. 3210-3220, 2006.
- [58] I. M. De Rosa, C. Santulli, and F. Sarasini, "Acoustic emission for monitoring the mechanical behaviour of natural fibre composites: A literature review," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 40, pp. 1456-1469, 9// 2009.
- [59] A. Monti, A. El Mahi, Z. Jendli, and L. Guillaumat, "Mechanical behaviour and damage mechanisms analysis of a flax-fibre reinforced composite by acoustic emission," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 90, pp. 100-110, 11// 2016.
- [60] M. P. Luong, "Infrared thermography of fatigue in metals," in *Aerospace Sensing*, 1992, pp. 222-233.
- [61] G. La Rosa and A. Risitano, "Thermographic methodology for rapid determination of the fatigue limit of materials and mechanical components," *International journal of fatigue*, vol. 22, pp. 65-73, 2000.



- [62] H. Wang, L. Jiang, P. Liaw, C. Brooks, and D. Klarstrom, "Infrared temperature mapping of ULTIMET alloy during high-cycle fatigue tests," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 31, pp. 1307-1310, 2000.
- [63] F. Curà, G. Curti, and R. Sesana, "A new iteration method for the thermographic determination of fatigue limit in steels," *International Journal of Fatigue*, vol. 27, pp. 453-459, 2005.
- [64] H. Moore and J. Kommers, "Fatigue of metals under repeated stress," *Chemical and Metallurgical Engineering*, vol. 25, pp. 1141-1144, 1921.
- [65] C. Doudard, S. Calloch, F. Hild, P. Cugy, and A. Galtier, "Identification of the scatter in high cycle fatigue from temperature measurements," *Comptes Rendus Mécanique*, vol. 332, pp. 795-801, 2004.
- [66] R. Fruehmann, J. Dulieu-Barton, and S. Quinn, "Assessment of fatigue damage evolution in woven composite materials using infra-red techniques," *Composites Science and Technology*, vol. 70, pp. 937-946, 2010.
- [67] M. Naderi, A. Kahirdeh, and M. Khonsari, "Dissipated thermal energy and damage evolution of Glass/Epoxy using infrared thermography and acoustic emission," *Composites Part B: Engineering*, vol. 43, pp. 1613-1620, 2012.
- [68] C. Goidescu, H. Weleman, C. Garnier, M. Fazzini, R. Brault, E. Péronnet, *et al.*, "Damage investigation in CFRP composites using full-field measurement techniques: combination of digital image stereo-correlation, infrared thermography and X-ray tomography," *Composites Part B: Engineering*, vol. 48, pp. 95-105, 2013.
- [69] J. Montesano, H. Bougherara, and Z. Fawaz, "Application of infrared thermography for the characterization of damage in braided carbon fiber reinforced polymer matrix composites," *Composites Part B: Engineering*, vol. 60, pp. 137-143, 2014.
- [70] M. Naderi and M. Khonsari, "On the role of damage energy in the fatigue degradation characterization of a composite laminate," *Composites Part B: Engineering*, vol. 45, pp. 528-537, 2013.
- [71] I. El Sawi, Z. Fawaz, R. Zitoune, and H. Bougherara, "An investigation of the damage mechanisms and fatigue life diagrams of flax fiber-reinforced polymer laminates," *Journal of Materials Science*, vol. 49, pp. 2338-2346, 2014.
- [72] G. Pitarresi, D. Tumino, and A. Mancuso, "Thermo-mechanical behaviour of flax-fibre reinforced epoxy laminates for industrial applications," *Materials*, vol. 8, pp. 7371-7388, 2015.
- [73] W. Hwang and K. Han, "Cumulative damage models and multi-stress fatigue life prediction," *Journal of Composite Materials*, vol. 20, pp. 125-153, 1986.
- [74] Z. Hashin, "A reinterpretation of the Palmgren-Miner rule for fatigue life prediction," *ASME, Transactions, Journal of Applied Mechanics*, vol. 47, pp. 324-328, 1980.
- [75] W. Van Paepegem and J. Degrieck, "Modelling damage and permanent strain in fibre-reinforced composites under in-plane fatigue loading," *Composites Science and Technology*, vol. 63, pp. 677-694, 4// 2003.
- [76] P. Ladeveze and E. LeDantec, "Damage modelling of the elementary ply for laminated composites," *Composites Science and Technology*, vol. 43, pp. 257-267, // 1992.
- [77] B. Harris, *Fatigue in composites: science and technology of the fatigue response of fibre-reinforced plastics*: Woodhead Publishing, 2003.
- [78] A. Fotouh, J. D. Wolodko, and M. G. Lipsett, "Fatigue of natural fiber thermoplastic composites," *Composites Part B: Engineering*, vol. 62, pp. 175-182, 6// 2014.
- [79] A. Belaadi, A. Bezazi, M. Bourchak, and F. Scarpa, "Tensile static and fatigue behaviour of sisal fibres," *Materials and Design*, vol. 46, pp. 76-83, 2013.
- [80] P. Qiao, H.-S. Yang, and M. P. Wolcott, "Flexural fatigue and reliability analysis of wood flour/high-density polyethylene composites," *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 2009.
- [81] D. U. Shah, P. J. Schubel, M. J. Clifford, and P. Licence, "Fatigue life evaluation of aligned plant fibre composites through S-N curves and constant-life diagrams," *Composites Science and Technology*, vol. 74, pp. 139-149, 2013.

- [82] S. Liang, P. B. Gning, and L. Guillaumat, "Fatigue behavior of flax/epoxy composites," *Comportement en fatigue de composites en lin/époxy*, vol. 37, pp. 351-365, 2012.
- [83] L. Yan, N. Chouw, and K. Jayaraman, "Flax fibre and its composites - A review," *Composites Part B: Engineering*, vol. 56, pp. 296-317, 2014.
- [84] M. P. M. Dicker, P. F. Duckworth, A. B. Baker, G. Francois, M. K. Hazzard, and P. M. Weaver, "Green composites: A review of material attributes and complementary applications," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 56, pp. 280-289, 1// 2014.
- [85] "Lineo introduces unidirectional flax-fibre tapes," *Reinforced Plastics*, vol. 58, p. 17, 1// 2014.
- [86] <http://www.lineo.eu/#!/applications>. Available: <http://www.lineo.eu/#!/applications>
- [87] R. Soufian Khakestar, "Application de la logique floue pour la caractérisation élastique d'un éco-composite," Université du Québec à Trois-Rivières, 2013.
- [88] Z. E. C. C. Poilâne—Ladan and M. J. Chen, "Optimisation d'un pré-imprégné lin/époxy industriel."
- [89] M. Khalfallah, B. Abbès, F. Abbès, Y. Q. Guo, V. Marcel, A. Duval, *et al.*, "Innovative flax tapes reinforced Acrodur biocomposites: A new alternative for automotive applications," *Materials & Design*, vol. 64, pp. 116-126, 12// 2014.
- [90] C.-H. Shen and G. S. Springer, "Moisture absorption and desorption of composite materials," *Journal of Composite Materials*, vol. 10, pp. 2-20, 1976.
- [91] A. Stamboulis, C. A. Baillie, and T. Peijs, "Effects of environmental conditions on mechanical and physical properties of flax fibers," *Composites - Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 32, pp. 1105-1115, 2001.
- [92] H. N. Dhakal, Z. Y. Zhang, and M. O. W. Richardson, "Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites," *Composites Science and Technology*, vol. 67, pp. 1674-1683, 6// 2007.
- [93] R. Joffe, J. Andersons, and L. Wallström, "Strength and adhesion characteristics of elementary flax fibres with different surface treatments," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 34, pp. 603-612, 7// 2003.
- [94] A. Ayensu, "Interfacial debonding of natural fibre reinforced composites," *Quart Sci Vision*, vol. 6, pp. 25-34, 2000.
- [95] F. K. Sodoke, L. Toubal, and L. Laperrière, "Hygrothermal effects on fatigue behavior of quasi-isotropic flax/epoxy composites using principal component analysis," *Journal of Materials Science*, pp. 1-13, 2016.
- [96] S. Huo, C. A. Ulven, H. Wang, and X. Wang, "Chemical and mechanical properties studies of chinese linen flax and its composites," *Polymers and Polymer Composites*, vol. 21, pp. 275-286, 2013.
- [97] Y. Li and B. Xue, "Hydrothermal ageing mechanisms of unidirectional flax fabric reinforced epoxy composites," *Polymer Degradation and Stability*, vol. 126, pp. 144-158, 4// 2016.
- [98] S. Hansson, "ARGET ATRP as a Tool for Cellulose Modification," 2012.
- [99] R. Edelmann, B. Standke, P. Jenkner, A. Kharazipour, L. Kloeser, and J. Monkiewicz, "Cellulose- or lignocellulose-containing composite materials based on a silane-based composite as a binder," ed: Google Patents, 2012.
- [100] M. Z. Rong, M. Q. Zhang, Y. Liu, G. C. Yang, and H. M. Zeng, "The effect of fiber treatment on the mechanical properties of unidirectional sisal-reinforced epoxy composites," *Composites Science and Technology*, vol. 61, pp. 1437-1447, 8// 2001.
- [101] M. B. Abderrahman and R. B. Cheikh, "Etude de la cyanoethylation des fibres longues d'alfa," *JOURNAL-SOCIETE CHIMIQUE DE TUNISIE*, vol. 8, p. 175, 2006.
- [102] A. Saha, S. Das, R. Basak, D. Bhatta, and B. Mitra, "Improvement of functional properties of jute-based composite by acrylonitrile pretreatment," *Journal of applied polymer science*, vol. 78, pp. 495-506, 2000.
- [103] B. A. Muralidhar, "Study of flax hybrid preforms reinforced epoxy composites," *Materials and Design*, vol. 52, pp. 835-840, 2013.

- [104] B. Masseteau, F. Michaud, M. Irle, A. Roy, and G. Alise, "An evaluation of the effects of moisture content on the modulus of elasticity of a unidirectional flax fiber composite," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 60, pp. 32-37, 2014.
- [105] K. Oksman, M. Skrifvars, and J. F. Selin, "Natural fibres as reinforcement in polylactic acid (PLA) composites," *Composites Science and Technology*, vol. 63, pp. 1317-1324, 2003.
- [106] J. Zhu, J. Njuguna, H. Abhyankar, H. Zhu, D. Perreux, F. Thiebaud, *et al.*, "Effect of fibre configurations on mechanical properties of flax/tannin composites," *Industrial Crops and Products*, vol. 50, pp. 68-76, 2013.
- [107] M. J. John and R. D. Anandjiwala, "Chemical modification of flax reinforced polypropylene composites," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 40, pp. 442-448, 2009.
- [108] F. Bensadoun, K. Vallons, L. B. Lessard, I. Verpoest, V. Vuure, and A. Willem, "Residual properties and damage evolution of flax-epoxy composites subjected to fatigue loading," in *20th International Conference on Composite Materials*, 2015, pp. 1-10.
- [109] D. U. Shah, P. J. Schubel, M. J. Clifford, and P. Licence, "Fatigue life evaluation of aligned plant fibre composites through S-N curves and constant-life diagrams," *Composites Science and Technology*, vol. 74, pp. 139-149, 1/24/ 2013.
- [110] S. Liang, P. B. Gning, and L. Guillaumat, "A comparative study of fatigue behaviour of flax/epoxy and glass/epoxy composites," *Composites Science and Technology*, vol. 72, pp. 535-543, Mar 2012.
- [111] S. Asgarinia, C. Viriyasuthee, S. Phillips, M. Dubé, J. Baets, A. Van Vuure, *et al.*, "Tension-tension fatigue behaviour of woven flax/epoxy composites," *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 34, pp. 857-867, 2015.
- [112] J. Petermann and K. Schulte, "The effects of creep and fatigue stress ratio on the long-term behaviour of angle-ply CFRP," *Composite Structures*, vol. 57, pp. 205-210, 2002.
- [113] A. Drozdov, "Cyclic viscoelastoplasticity and low-cycle fatigue of polymer composites," *International Journal of Solids and Structures*, vol. 48, pp. 2026-2040, 2011.
- [114] A. N. Towo and M. P. Ansell, "Fatigue evaluation and dynamic mechanical thermal analysis of sisal fibre-thermosetting resin composites," *Composites Science and Technology*, vol. 68, pp. 925-932, 2008.
- [115] A. N. Towo and M. P. Ansell, "Fatigue of sisal fibre reinforced composites: Constant-life diagrams and hysteresis loop capture," *Composites Science and Technology*, vol. 68, pp. 915-924, 2008.
- [116] M. Fuwa, B. Harris, and A. Bunsell, "Acoustic emission during cyclic loading of carbon-fibre-reinforced plastics," *Journal of physics D: applied physics*, vol. 8, p. 1460, 1975.
- [117] C. Baley, "Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 33, pp. 939-948, 7/1/ 2002.
- [118] V. Placet, "Characterization of the thermo-mechanical behaviour of Hemp fibres intended for the manufacturing of high performance composites," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 40, pp. 1111-1118, 8// 2009.
- [119] F. d. A. Silva, N. Chawla, and R. D. de Toledo Filho, "An experimental investigation of the fatigue behavior of sisal fibers," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 516, pp. 90-95, 8/15/ 2009.
- [120] S. Liang, P. B. Gning, and L. Guillaumat, "Properties evolution of flax/epoxy composites under fatigue loading," *International Journal of Fatigue*, vol. 63, pp. 36-45, 2014.
- [121] M. Berges, R. Léger, V. Placet, V. Person, S. Corn, X. Gabrion, *et al.*, "Influence of moisture uptake on the static, cyclic and dynamic behaviour of unidirectional flax fibre-reinforced epoxy laminates," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 88, pp. 165-177, 9// 2016.
- [122] A. Salmi, L. Salminen, and E. Hæggström, "Quantifying fatigue generated in high strain rate cyclic loading of Norway spruce," *Journal of Applied Physics*, vol. 106, p. 104905, 2009.
- [123] I. T. Jolliffe, "Principal component analysis for special types of data," *Principal component analysis*, pp. 338-372, 2002.

- [124] M. P. Luong, "Infrared thermography of fatigue in metals," in *Proceedings of SPIE - The International Society for Optical Engineering*, 1992, pp. 222-233.
- [125] R. Sakin and İ. Ay, "Statistical analysis of bending fatigue life data using Weibull distribution in glass-fiber reinforced polyester composites," *Materials & Design*, vol. 29, pp. 1170-1181, // 2008.
- [126] U. Khashaba, "Fatigue and reliability analysis of unidirectional GFRP composites under rotating bending loads," *Journal of composite materials*, vol. 37, pp. 317-331, 2003.
- [127] J. Gassan and A. K. Bledzki, "Alkali Treatment of Jute Fibers: Relationship between Structure and Mechanical Properties," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 71, pp. 623-629, 1999.
- [128] H. J. Kim and D. W. Seo, "Effect of water absorption fatigue on mechanical properties of sisal textile-reinforced composites," *International Journal of Fatigue*, vol. 28, pp. 1307-1314, 2006.
- [129] S. Alix, E. Philippe, A. Bessadok, L. Lebrun, C. Morvan, and S. Marais, "Effect of chemical treatments on water sorption and mechanical properties of flax fibres," *Bioresource Technology*, vol. 100, pp. 4742-4749, 10// 2009.
- [130] U. S. Elesini, A. P. Cuden, and A. F. Richards, "Study of the green cotton fibres," *Acta Chim. Slov*, vol. 49, pp. 815-833, 2002.
- [131] R. Saiah, P. Sreekumar, P. Gopalakrishnan, N. Leblanc, R. Gattin, and J. Saiter, "Fabrication and characterization of 100% green composite: Thermoplastic based on wheat flour reinforced by flax fibers," *Polymer Composites*, vol. 30, pp. 1595-1600, 2009.
- [132] L. Yan, N. Chouw, and K. Jayaraman, "Effect of UV and water spraying on the mechanical properties of flax fabric reinforced polymer composites used for civil engineering applications," *Materials and Design*, vol. 71, pp. 17-25, 2015.
- [133] W. Shen, A. B. O. Soboyejo, and W. O. Soboyejo, "Probabilistic modeling of fatigue crack growth in Ti-6Al-4V," *International Journal of Fatigue*, vol. 23, pp. 917-925, 11// 2001.
- [134] J. L. Bogdanoff, "new cumulative damage model- 1," *Journal of Applied Mechanics, Transactions ASME*, vol. 45, pp. 246-250, 1978.
- [135] J. L. Bogdanoff and W. Drieger, " new cumulative damage model- - 2," *Journal of Applied Mechanics, Transactions ASME*, vol. 45, pp. 251-257, 1978.
- [136] J. L. Bogdanoff, " new cumulative damage model for fatigue," *Advances in Colloid and Interface Science*, pp. 611-621, 1979.
- [137] Y. Xi and Z. P. Bazănt, "Random growth of crack with R-curve: Markov process model," *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 57, pp. 593-608, 1997.
- [138] S. Johnson, B. Wei, and R. Haj-Ali, "A stochastic fatigue damage model for composite single lap shear joints based on Markov chains and thermoelastic stress analysis," *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, vol. 33, pp. 897-910, 2010.
- [139] J. D. Rowatt and P. D. Spanos, "Markov chain models for life prediction of composite laminates," *Structural Safety*, vol. 20, pp. 117-135, // 1998.

## VIII. Annexe A

### 1. Modélisation de l'endommagement en fatigue par la chaîne de Markov

#### A.1 Contexte et méthodes

L'utilisation des matériels à base de CFN dans le domaine de la mécanique des structures nécessite une mise en place de modèles de plus en plus fiables qui doit nécessairement intégrer l'influence des effets environnementaux. Les modèles doivent permettre de décrire précisément l'amorçage et l'évolution de l'endommagement au sein du matériau. La première partie de notre travail a permis d'étudier et de comprendre dans un premier temps l'évolution des propriétés de fatigue du lin/époxy et les impacts des paramètres liés à l'environnement sur les propriétés de ce matériau [132]. Cette étude a aussi permis de déterminer un critère d'endommagement basé sur l'évolution de la déformation minimale et un modèle analytique qui décrit l'évolution globale de l'endommagement. Les résultats des tests de fatigue ont montré une certaine variabilité dans la durée de vie. Le processus de la fatigue dans son aspect global présente des événements qui se produisent de manière aléatoire. Du point de vue microscopique, la position des défauts, des inclusions dans le matériau, l'arrangement et l'alignement parfait entre les fibres occupent des sites qui sont complètement aléatoires et varient d'un échantillon à un autre. Ces paramètres sont pour la plupart des sites d'initiation ou de propagation de fissure dans un matériau. Ce qui, du point de vue macroscopique, favorise une grande variation de la durée de vie et des propriétés de fatigue du matériau d'une éprouvette à une autre bien que celles-ci est soumis à des conditions de charge identiques. Un exemple de variabilité que l'on peut observer dans les résultats des courbes S-N pour les éprouvettes d'un même matériau soumises à des conditions de tests identiques. Le coefficient de variation peut parfois atteindre 100%. Certaines normes admettent une variabilité d'une décade. Les modèles de fatigue ne peuvent donc s'avérer prédictifs que s'ils prennent en compte les aléas intrinsèques et extrinsèques du phénomène de la fatigue. Une prévision déterministe des réponses et des propriétés est presque impossible. La combinaison de la mécanique de rupture (pour caractériser l'évolution de l'endommagement) avec une analyse probabiliste (qui tient compte de la variabilité des mesures) fournit des outils pour une évaluation plus fiable de l'endommagement. C'est dans ce sens que nous avons jugé qu'il serait plus adéquat de modéliser la fatigue du lin/époxy en utilisant une approche stochastique.

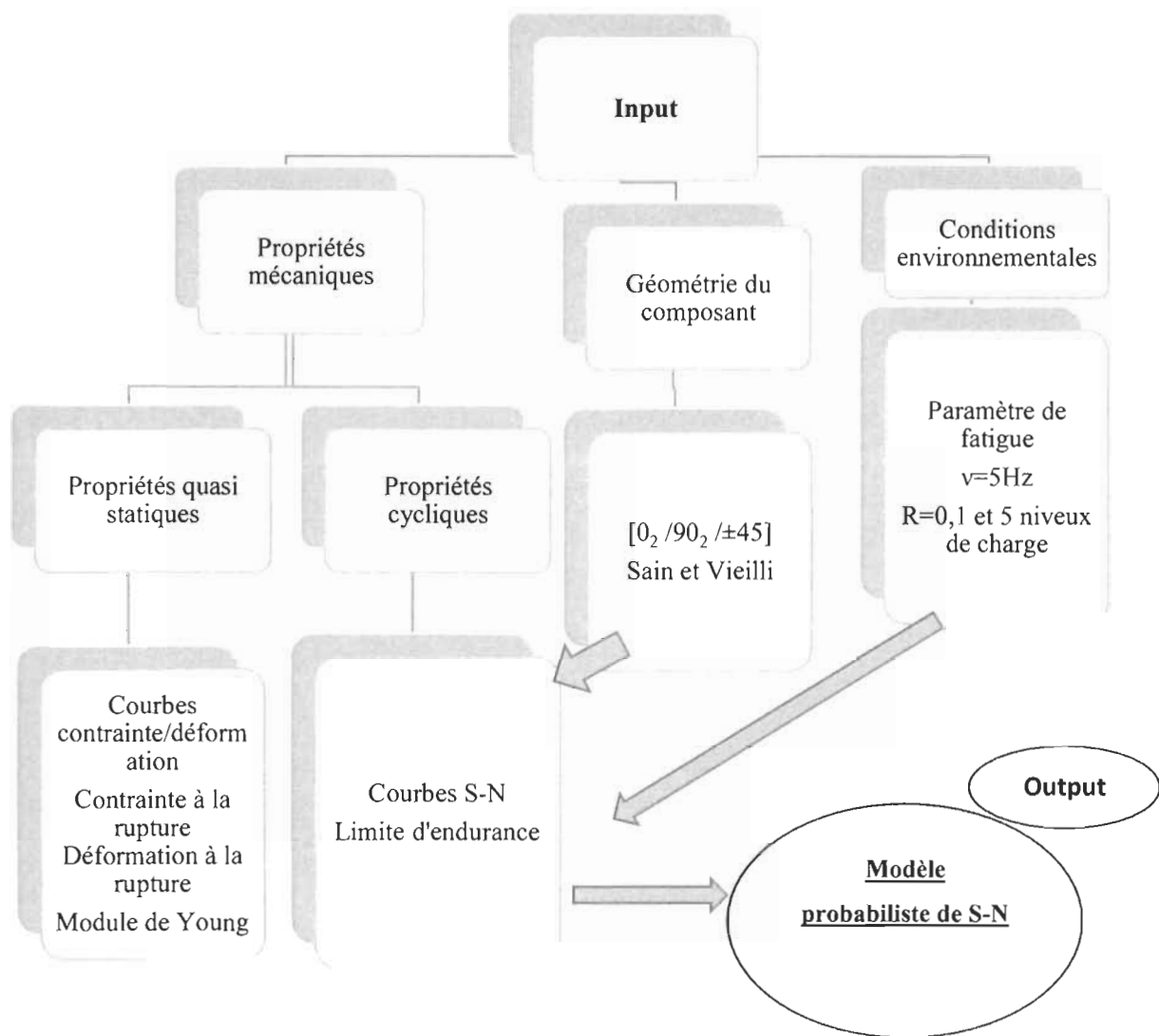


Figure VIII.1 Diagramme de modélisation de la courbe S-N



### 1.1. Les modèles stochastiques classiques pour la fatigue

Le modèle stochastique de l'étude en fatigue est l'approche qui considère les tests de fatigue comme un processus aléatoire. Les variables générées au cours de ces tests sont considérées comme des variables aléatoires. On peut identifier 3 étapes majeures et bien distinctes pour traiter des problèmes par approche stochastique :

- *Définition des valeurs des paramètres d'entrées et de réponse du système.*
- *Identification des incertitudes aléatoires dans le modèle :* Dans la loi de Paris par exemple, Shen [133] a démontré à l'aide de son équipe que les deux paramètres  $m$  et  $\ln C$  de cette loi sont caractérisés par la distribution normale.
- *Caractérisation de la réponse aléatoire du modèle.*

On distingue généralement deux grands types de modèles stochastiques pour la fatigue : les modèles à approches directes et les modèles à approches indirectes. La méthode directe permet d'extraire directement le caractère probabiliste de la source d'aléa (durée de vie, critère de propagation de la fissure). Dans les modèles probabilistes du type indirect, le caractère probabiliste n'est pas issu de la source d'aléa de manière explicite (les propriétés mécaniques de fatigue).

Dans cette thèse, on utilisera les deux méthodes pour modéliser le comportement en fatigue. Il s'agit de : l'analyse de distribution pour la courbe S-N et la chaîne de Markov pour l'évolution du dommage. Dans ce qui suit nous allons décrire les principes généraux de ces deux méthodes et les résultats obtenus.

### 1.2. La chaîne de Markov

La chaîne de Markov à temps discret est une méthode stochastique qui peut être utilisée pour modéliser la fatigue qui est un processus aléatoire. Un processus stochastique  $X$  est dit de Markov si pour tout sous-ensemble fini d'instant  $t = \{t_1, t_2, \dots, t_n\}$  tel que  $t_1 > t_2 > \dots > t_n$ , la distribution conditionnelle de  $X_{t_n}$  connaissant  $X_{t_1}, X_{t_2}, \dots, X_{t_{n-1}}$  dépend seulement de  $X_{t_{n-1}}$ . L'endommagement par étant un processus temporel au cours duquel un système passe différents états d'endommagement est donc considéré comme un processus de Markov. La figure 3 montre une image du processus d'endommagement par fatigue défini par une chaîne de Markov. Ce processus d'endommagement ne peut soit resté sur place ou qu'augmenté d'un état à un autre jusqu'à la rupture finale. On parle de modèle de marche aléatoire unidirectionnelle. Il permet de suivre l'évolution de l'endommagement au cours du temps et de calculer les termes probabilistes



de l'endommagement. Il est constitué de deux types de variables aléatoires : la variable « état » et le « cycle d'utilisation » (« duty cycle » en anglais).

Le dommage d'un matériau au cours de sa durée de vie est donc caractérisé par l'espace des « états » d'endommagement discrets  $i = \{1, 2, 3, \dots, b\}$  où l'état  $i=1$  représente l'état non endommagé ; l'état  $b$  représente l'état de la rupture totale.

Lors d'un chargement de fatigue, le dommage au sein du matériau s'accumule dans le temps suivant une période répétitive d'opération sur le matériau. Le temps de passage entre les états d'endommagement est donc caractérisé par une variable appelée le « Duty cycle ». Cette variable peut être mesurée en termes de nombre de cycles de chargement dans le cas de l'étude de l'endommagement par fatigue.

On définit une quantité  $P_{ij}$  qui représente la probabilité du système après un DC «  $j$  » donné d'être à l'état «  $i$  ». La distribution de probabilité  $P_x^{(k)}$  pour tout le système à un DC  $x$  donné est donc une matrice colonne ( $1 \times b$ ) :  $P_x^{(k)} = \{p_{1x}, p_{2x}, \dots, p_{bx}\}^T$

À l'origine de l'endommagement c'est-à-dire  $x=0$ , cette distribution est donnée par la matrice  $P_0 = \{1, 0, 0, \dots, 0\}^T$ . Cela signifie que la probabilité qu'à l'origine le système soit à l'état initiale  $i=1$  est de 100%. Un autre exemple où  $P_0 = \{0, 1, 0, \dots, 0\}^T$  signifie pour que le système soit à l'origine du cycle à l'état  $i=2$  est de 100%.

La probabilité de rester ou de quitter un état  $j$  est donnée respectivement par les éléments  $p_j$  et  $q_j$ . La probabilité de passer d'un état endommagé  $j$  à un état endommagé  $j+1$  est donnée par  $q_j$ . Cette évolution du dommage permet donc de définir une matrice de transition  $P$  de dimension ( $b \times b$ ) donnée par l'équation 7. Les éléments de matrice de  $P$  ne sont donc que les éléments  $p_j$  et  $q_j$ . Le nombre de paramètres nécessaire pour définir cette matrice est égal à  $2(b-1)$ . Ce modèle peut être encore plus simplifié si l'on considère que le processus d'endommagement est indépendant d'un état à  $P_x^{(k)}$  un autre ( $p_j$  et  $q_j$  sont constant, figure 4), la matrice de transition des probabilités s'écrit alors par l'équation 4. On parle dans ce cas d'un modèle de Markov à « saut simple » (« unit-jump Markov » en anglais). Des méthodes analytiques sont utilisées pour déterminer les probabilités de transition  $p_i$ ,  $q_i$  et  $b$  à partir de la fonction génératrice de moments. Nous y reviendrons plus en détail à la prochaine section.

La matrice de transition permet de faire le lien entre le vecteur de distribution initiale  $P_0$  de l'état initial et d'autre vecteur de distribution. La relation fondamentale s'écrit alors :

$$\{P_x\} = \{P_0\} [P_1 \mathbf{I} P_2] \dots [P_{x-1} \mathbf{I} P_x] = \{P_0\} \prod_{i=1}^x [P_i]$$
Eq.A1

Si l'on considère que les cycles d'utilisation sont tous de la même sévérité, cette équation devient :

$$\{p_x\} = \{p_0\} [P]^x$$
Eq.A2

$$P = \begin{bmatrix} p_1 & q_1 & 0 & 0 & \dots & 0 \\ 0 & p_2 & q_2 & 0 & & 0 \\ 0 & 0 & \ddots & & & 0 \\ 0 & 0 & & p_k & q_k & 0 \\ \vdots & & & & \ddots & \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}$$
Eq.A3

avec  $p_j + q_j = 1$

$$P = \begin{bmatrix} p & q & 0 & 0 & 0 \\ 0 & p & q & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \ddots & \ddots & 0 \\ 0 & 0 & 0 & p & q \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}$$
Eq.A4

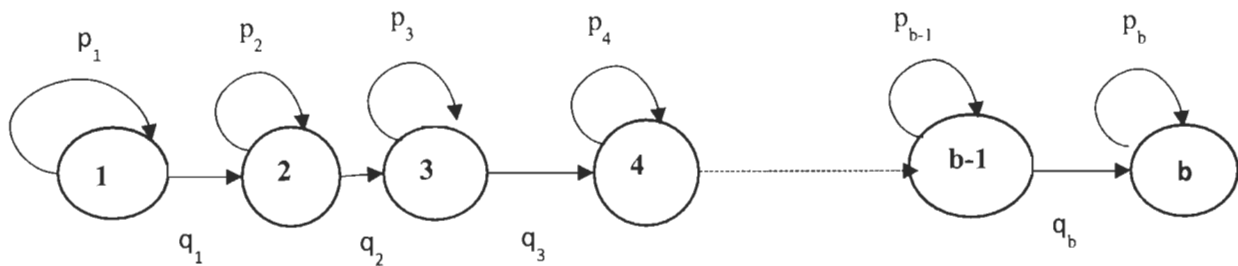
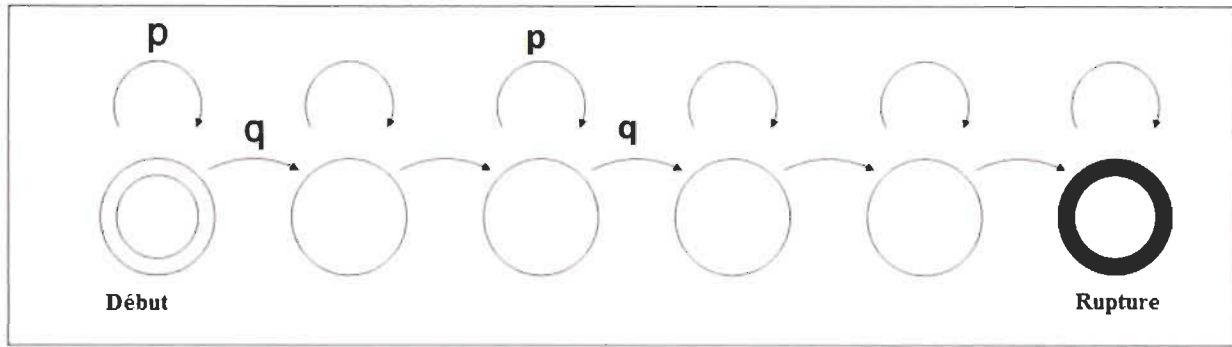


Figure VIII.2 Processus de Markov pour l'endommagement en fatigue



En théorie de probabilité ou en statistique, la fonction génératrice de moments est souvent utilisée pour décrire le comportement d'une variable aléatoire. La fonction génératrice de moments  $\varphi(n)$  est définie par :

$$\begin{aligned} \varphi(n) &= E[e^{ns}] \\ &= \begin{cases} \sum_s e^{ns} p(s) & \text{pour une densité fonction } p(s) \text{ discrète} \\ \int_{-\infty}^{+\infty} e^{ns} f(s) ds & \text{pour une densité de fonction } f(s) \text{ continue} \end{cases} \end{aligned} \quad \text{Eq.A5}$$

La particularité des fonctions génératrices du moment c'est qu'une de ces propriétés permet de calculer très aisément l'espérance et la variance d'une loi dont on connaît la fonction génératrice.

$$\begin{aligned} E(s) &= \varphi'(0) \\ \text{Var}(s) &= \varphi''(0) - [\varphi'(0)]^2 \end{aligned} \quad \text{Eq.A6}$$

Pour le modèle à « saut simple » de Markov, le temps d'attente  $s$  de chaque état d'endommagement est décrit par la fonction de probabilité de masse dont la relation est donnée :

$p(s) = p^{s-1} q$ . C'est aussi la probabilité pour que le premier état de dommage apparaisse à  $s$  cycle d'utilisation.

La fonction génératrice est donnée par

$$\varphi(n) = \sum_{k=0}^{\infty} e^{ns} p^{(k-1)} (1-p) = \frac{1-p}{p(-1 + e^n p)^2} \quad \text{Eq.A7}$$

La relation entre l'espérance (la moyenne) et la variance est donnée par :

$$\begin{aligned} E(s) &= \frac{1}{1-p} \\ \text{Var}(s) &= \frac{p}{(1-p)^2} \end{aligned} \quad \text{Eq.A8}$$

En considérant le paramètre  $r = \frac{p}{q}$  et la relation,  $p + q = 1$  on pourrait réécrire cette relation sous

forme de :

$$\begin{aligned} E(s) &= 1 + r \\ Var(s) &= r(r + 1) \end{aligned} \quad \text{Eq.A9}$$

Si l'on considère une transition de l'état initial 1 à l'état de rupture  $b$ , la relation qui lie ces paramètres de MT, la moyenne et la variance du nombre de cycles après la rupture est donnée par :

$$\begin{aligned} E_{x_{1,b}} &= \sum_{i=1}^{1-b} (1 + r_i) \\ Var_{x_{1,b}} &= \sum_{i=1}^{1-b} r_i (1 + r_i) \end{aligned} \quad \text{Eq.A10}$$

$$\text{Avec } r_i = \frac{p_i}{q_i}$$

La méthode la plus simple pour résoudre cette équation est de poser  $r_i = r$ , une constante. Cela revient à :

$$\begin{aligned} r &= \frac{Var_x}{E_x} \\ b &= 1 + \frac{E_x^2}{E_x + Var_x} \end{aligned} \quad \text{Eq.A11}$$

Ce modèle ne fournit pas assez d'information sur l'évolution de l'endommagement entre l'état initial et la rupture malgré sa simplicité. La chaîne de Markov a été introduite dans l'évaluation de l'endommagement par fatigue pour la première fois par Bogdanoff [134-136]. Par la suite, Xi [137] a également utilisé la méthode de Bogdanoff pour prédire l'évolution de la courbe de résistance en flexion à trois points des bétons. Johnson et son équipe [138] ont utilisé ce modèle pour prédire l'évolution de l'endommagement obtenu par la thermographie infrarouge.

Bogdanoff et Kozin ont développé plus tard un nouveau modèle de Markov appelé « BK-model » pour une transition où  $p$  n'est plus une constante entre les différents états de transition. Ils ont subdivisé les états d'endommagement en  $m$  sous états indépendants :  $1, 2, 3, \dots, b_1 - 1; b_1, \dots, b_2 - 1, \dots; b_{m-1}, \dots, b - 1$ . On utilise l'équation 13 pour calculer  $r_i$  et  $b_i$  pour  $m=1$ . Pour les expressions de  $r_2$  et  $b_2$ .

$$\begin{aligned}
 E(t_2) &= (b_1 - 1)(1 + r_1) + (b_2 - b_1)(1 + r_2) \\
 Var(t_2) &= (b_1 - 1)r_1(1 + r_1) + (b_2 - b_1)r_2(1 + r_2)
 \end{aligned}
 \tag{Eq.A12}$$

En procédant de la même manière, on peut déterminer les  $b$  et les  $r$ , leur expression étant donnée par l'équation suivante :

$$\begin{aligned}
 b_j &= \frac{[E(t_j) - E(t_{j-1})]^2}{[E(t_j) - E(t_{j-1})] + [Var(t_j) - Var(t_{j-1})]} + b_{j-1} \\
 r_j &= \frac{E(t_j) - E(t_{j-1})}{b_j - b_{j-1}} - 1
 \end{aligned}
 \tag{Eq.A13}$$

Les paramètres  $Var(t_j)$  et  $E(t_j)$  proviennent des données expérimentales des tests de fatigue.

Ils introduiront plus tard l'effet non stationnaire de la fatigue dans la MT en utilisant la méthode de transformation du temps et de condensation. Rowatt [139] a également utilisé ce modèle pour décrire l'évolution de la souplesse (rigidité) des composites laminés soumis à un chargement de fatigue d'amplitude constant. Le recueil des données expérimentales de l'évolution de la souplesse du composite en fatigue a été recueilli grâce à un extensomètre. Dans le cas de l'étude de la fatigue des composites, la théorie de Markov est utilisée pour modéliser l'évolution de la rigidité.

Bogdanoff et Kozin ont développé un autre modèle appelé BK modèle. Certaines transformations du temps permettent de convertir le modèle de Markov en un processus non stationnaire par une transformation de la matrice de transition (MT) en une matrice non stationnaire. Pour ce faire, on procède généralement à une transformation du temps et à une condensation de la matrice de transition.

### 1.3. *Modèle de Markov*

Le premier modèle qui portera sur l'évolution de l'endommagement utilisera les propriétés mécaniques résiduelles du matériau recueilli lors des essais en fatigue comme critère d'endommagement. Nos différentes revues de littératures nous ont permis de choisir la variation de la rigidité résiduelle comme critère de l'évolution d'endommagement. Celle-ci relate immédiatement l'accumulation de dommage dans les composites. Son changement apparaît au cours de l'évolution de l'endommagement, car les différents mécanismes d'endommagement du composite (fissure transverse de la matrice, rupture des fibres, décohésion fibre/matrice, délaminage) et leur interaction engendrent nécessairement sa variation. Il ne faut pas non plus négliger le fait que cette évolution de la rigidité peut être mesurée de façon continue par les

techniques non destructives (la thermographie infrarouge et l'émission acoustique) que nous utiliserons lors de nos essais de fatigue. Le modèle non stationnaire de Markov de Rowatt et Spanos[139] sera utilisé pour caractériser l'accumulation du dommage en fatigue de nos laminés. Les modules résiduels et le nombre de cycles à la rupture de chaque échantillon seront enregistrés à une fréquence de cycles donnés. Ces données nous permettront de calculer les probabilités de transitions  $p$  et  $q$  et le paramètre  $b$  de la matrice de transition.

Le module résiduel durant un temps de cycle  $n$  pour un laminé se déduit d'après le théorème des laminés par l'Equation A14. Celle-ci lie la déformation résiduelle  $\varepsilon_i(n)$ , la souplesse  $A'_{ij}(n)$  et la résultante de chargement  $N_i(n)$ :

$$\begin{bmatrix} \varepsilon_1(n) \\ \varepsilon_2(n) \\ \varepsilon_6(n) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} A'_{11}(n) & A'_{12}(n) & A'_{16}(n) \\ A'_{12}(n) & A'_{22}(n) & A'_{26}(n) \\ A'_{16}(n) & A'_{26}(n) & A'_{66}(n) \end{bmatrix}_k \begin{bmatrix} N_1(n) \\ N_2(n) \\ N_6(n) \end{bmatrix} \quad \text{Eq.A14}$$

$$\text{avec } \sigma_i = \frac{1}{h} N_i(n) \text{ et } A'_{ij}(n) = 1 / \int_{-h/2}^{h/2} Q_{ij} dx_3$$

$h$  étant l'épaisseur du laminé et  $Q_{ij}$  la rigidité pour un pli.

Une connaissance de l'histoire du changement et de la déformation dans différents plans ( $i, j$ ) nous permet de déterminer la rigidité ou la souplesse du matériau en fonction du nombre de cycles. Ce processus étant considéré comme aléatoire, le temps de l'évolution de fatigue est discrétisé. Les mesures de la rigidité (dommage) se fait suivant un nombre de cycle donné :  $i = \{1, 2, 3, \dots, b\}$ .

Une fois ces paramètres déterminés, on peut alors tracer la courbe Markovienne d'évolution de l'endommagement.