THESE

Pour l'obtention du Grade de
DOCTEUR DE L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE MECANIQUE ET D'AEROTECHNIQUE
(Diplôme National - Arrêté du 7 août 2006)

Ecole Doctorale : Sciences et Ingénierie en Matériaux, Mécanique, Energétique et Aéronautique
Secteur de recherche: Mécanique des solides, des matériaux, des structures et des surfaces

Présentée par:

Davi SILVA DE VASCONCELLOS

****

COMPORTEMENT EN FATIGUE AVANT ET APRES IMPACT DE COMPOSITES TISSES CHANVRE/EPOXY

****

Directeur de thèse: Fabienne TOUCHARD
Co-encadrant : Laurence CHOCINSKI

****

Soutenue le 19 Décembre 2013
devant la Commission d'Examen

JURY

M. Frédéric JACQUEMIN	Professeur, Université de Nantes, Nantes	Président
M. Wesley CANTWELL	Professeur, Université de Liverpool, Royaume-Uni	Rapporteur
M. Carlo SANTULLI	Professeur, Université La Sapienza, Rome, Italie	Rapporteur
Mme Nathalie GODIN	Maître de Conférences, (HDR), INSA, Lyon	Examinateur
Mme Laurence CHOCINSKI	Maître de Conférences, ENSMA, Chasseneuil	Examinateur
Mme Fabienne TOUCHARD	Chargée de recherche, (HDR), ENSMA, Chasseneuil	Examinateur

Composition du jury complet

La composition du jury est la suivante :

- Monsieur Frédéric Jacquemin, Professeur à l'Université de Nantes, Nantes ;

- Monsieur Wesley Cantwell, Professeur à l'Université de Liverpool, Royaume-uni ;

- Monsieur Carlo Santulli, Professeur à l'Université La Sapienza, Rome, Italie ;

- Madame Nathalie Godin, Maître de Conférences (HDR) à l'Institut National des Sciences Appliquées, Lyon ;

- Madame Laurence Chocinski, Maître de Conférences à l'ENSMA, Chasseneuil.

- Madame Fabienne Touchard, Chargée de recherche (HDR) à l'ENSMA, Chasseneuil ;

Invités :

- Monsieur Fabrizio Sarasini, Assistant professor à l'Université La Sapienza, Rome, Italie ;

- Monsieur Cédric Dever, Directeur de recherche chimie des biomatériaux à VALAGRO, Poitiers.

“Why use up the forests which were centuries in the making and the mines which required ages to lay down, if we can get the equivalent of forest and mineral products in the annual growth of the hemp fields.”

- HENRY FORD.

Table de matières

INTRODUCTION GENERALE ..... **- 9 -**

PARTIE 1 ETAT DE L'ART ..... **- 11 -**

CHAPITRE I LES COMPOSITES A FIBRES VEGETALES ..... - 13 -

CHAPITRE II COMPORTEMENT EN FATIGUE DES MATERIAUX COMPOSITES ..... - 21 -

CHAPITRE III COMPORTEMENT DES COMPOSITES SOUS IMPACT MECANIQUE ..... - 35 -

BILAN SUR L'ETAT DE L'ART ..... - 49 -

PARTIE 2 MATERIAUX ETUDIES ET TECHNIQUES UTILISEES ..... **- 51 -**

CHAPITRE I LES MATERIAUX ETUDIES ..... - 53 -

CHAPITRE II TECHNIQUES DE CARACTERISATION MICROSTRUCTURALE ..... - 60 -

CHAPITRE III DISPOSITIFS DES ESSAIS MECANIQUES ..... - 68 -

CHAPITRE IV TECHNIQUE DE CORRELATION D'IMAGES NUMERIQUES ..... - 77 -

CHAPITRE V TECHNIQUE D'EMISSION ACOUSTIQUE ..... - 81 -

BILAN SUR LES MATERIAUX ETUDIES ET LES TECHNIQUES UTILISEES ..... - 90 -

PARTIE 3 MISE EN PLACE D'UN MODELE SIMPLIFIE DE COMPOSITE TISSE ET DETERMINATION DES NIVEAUX DE CONTRAINTE POUR LES ESSAIS DE FATIGUE ..... **- 91 -**

CHAPITRE I PROPRIETES MECANIQUES DES CONSTITUANTS ..... - 93 -

CHAPITRE II MODELE PAR ELEMENTS FINIS DU COMPOSITE TISSE ..... - 106 -

CHAPITRE III COMPORTEMENT EN TRACTION QUASI-STATIQUE DU COMPOSITE CHANVRE/EPOXY ..... - 118 -

CONCLUSIONS DE LA PARTIE 3 ..... - 133 -

PARTIE 4 CARACTERISATION DU COMPORTEMENT MECANIQUE EN FATIGUE ..... **- 135 -**

CHAPITRE I ESSAIS PRELIMINAIRES : FATIGUE DES CONSTITUANTS ..... - 137 -

CHAPITRE II DUREE DE VIE EN FATIGUE DES COMPOSITES CHANVRE/EPOXY ..... - 141 -

CHAPITRE III ANALYSE DE L'ENDOMMAGEMENT EN FATIGUE ..... - 148 -

CONCLUSIONS DE LA PARTIE 4 ..... - 177 -

PARTIE 5 RESISTANCE A L'IMPACT ET COMPORTEMENT POST-IMPACT ..... **- 179 -**

CHAPITRE I DEMARCHE EXPERIMENTALE ..... - 181 -

CHAPITRE II TENUE A L'IMPACT A BASSE VITESSE ..... - 183 -

CHAPITRE III COMPORTEMENT POST-IMPACT ..... - 199 -

CONCLUSIONS DE LA PARTIE 5 ..... - 211 -

CONCLUSIONS GENERALES ET PERSPECTIVES ..... **- 213 -**

RÉFÉRENCES ..... **- 217 -**

ANNEXES ..... **- 223 -**

Introduction générale

Dans le contexte actuel d'utilisation croissante des matériaux composites, notamment dans le domaine du transport, et du respect de l'environnement, le développement d'éco-composites est plus que jamais d'actualité. Au niveau de l'impact environnemental, un des enjeux est notamment de réduire l'utilisation des fibres de verre comme renfort des composites et le remplacement des fibres de verre par des fibres végétales, telles que les fibres de chanvre, apparaît comme une alternative écologique. De plus, les fibres végétales, et plus particulièrement les fibres libériennes (lin, chanvre, jute, ramie), constituent réellement de potentiels renforts de composites à matrices thermoplastiques et thermodures car elles possèdent une faible densité et leurs modules d'Young spécifiques concurrencent ceux des fibres de verre. Des études montrent que, pour des applications semi-structurales, les fibres végétales utilisées comme renfort dans les matériaux composites sont des candidates pour le remplacement des fibres traditionnelles, telles que les fibres de verre. Toutefois, pour pouvoir développer l'usage industriel de ces éco-composites à fibres végétales, il est nécessaire d'approfondir la connaissance de leur comportement et de leur tenue mécaniques. La plupart des travaux ont été réalisés sur des composites à fibres courtes de lin et de chanvre mais peu d'études concernent les composites à fibres longues, notamment de chanvre.

Ce travail de thèse porte sur des composites tissés à fibres longues de chanvre et à matrice polymère (époxy), et plus particulièrement sur leur comportement en fatigue et leur tenue à l'impact. Il s'inscrit dans la continuité de l'étude réalisée par Claire Bonnafous [Bonnafous, 2010], sur les mêmes types de composites, mais qui concernait leur comportement mécanique quasi-statique en traction avec une analyse multi-échelle des mécanismes d'endommagement. Le présent travail de recherche s'articule autour de trois axes principaux: le développement d'un modèle numérique simplifié représentatif du composite tissé chanvre/époxy, le comportement en fatigue de ce composite avec l'analyse des mécanismes d'endommagement associés, et l'influence de l'impact mécanique sur sa résistance mécanique en traction quasi-statique et en fatigue.

Ce manuscrit comporte cinq parties.

Dans la première partie, un état de l'art des différentes thématiques abordées est proposé. Les composites à fibres végétales, plus particulièrement à fibres de chanvre, sont introduits avec une présentation de l'architecture du renfort. Le comportement en fatigue puis le comportement sous impact mécanique des matériaux composites sont également présentés.

La deuxième partie présente tout d'abord les matériaux étudiés et les procédés de fabrication utilisés, puis les principaux moyens expérimentaux employés (caractérisation microstructurale, essais mécaniques, corrélation d'images numériques et émission acoustique) ainsi que les méthodes d'analyse spécifiquement développées.

La troisième partie expose les différentes étapes relatives au développement d'un modèle numérique par éléments finis, simplifié mais représentatif du composite tissé chanvre/époxy. Tout d'abord est décrit et analysé le comportement mécanique en traction quasi-statique de chaque constituant du composite (la résine époxy seule et le fil de chanvre, imprégné ou non de résine). Ensuite le modèle numérique et les premiers résultats sont présentés. Enfin des essais en traction quasi-statique sur le composite chanvre/époxy sont réalisés, pour valider le modèle et pour déterminer les niveaux de contrainte à appliquer pour les essais de fatigue.

La quatrième partie est consacrée à la caractérisation en fatigue cyclique du composite chanvre tissé/époxy. Dans un premier temps sont présentés les essais de fatigue préliminaires réalisés sur la résine époxy seule et sur un composite monofilamentaire. Puis le comportement et la durée de vie en fatigue du composite chanvre tissé/époxy, pour deux orientations du renfort $[0°/90°]_7$ et $[\pm45°]_7$, sont étudiés et un modèle analytique prédictif de durée de vie en fatigue, initialement développé pour des composites à fibre de verre, est adapté aux composites étudiés. Enfin, dans cette partie, est présentée une analyse approfondie des mécanismes d'endommagement grâce à l'utilisation de différentes techniques (mesures des paramètres mécaniques lors des cycles de fatigue, mesure des champs de température par caméra infrarouge, suivi par émission acoustique, analyses post-mortem par microscopie optique et par microtomographie X) et un scénario d'endommagement en fatigue est proposé.

Enfin la dernière partie décrite dans ce manuscrit est le fruit d'une collaboration avec le Department of Chemical Engineering Materials and Environment de l'Université La Sapienza, à Rome, Italie. Elle concerne la tenue à l'impact mécanique à faible vitesse et le comportement post-impact du composite $[0°/90°]_7$ chanvre/époxy. Les résultats des tests d'impact mécanique sont d'abord analysés puis les endommagements externes et internes dus à l'impact sont caractérisés à partir d'observations microscopiques. Ensuite est présentée l'influence des endommagements dus à l'impact sur les caractéristiques mécaniques en traction et finalement sur le comportement en fatigue. L'influence de l'impact non destructif sur la durée de vie en fatigue est analysée et l'adaptation au composite impacté du modèle analytique de durée de vie en fatigue utilisé pour le composite sain est présentée. De plus, l'évolution de l'endommagement au cours des essais de fatigue sur composite impacté est caractérisée par suivi par émission acoustique et un scénario d'endommagement est également proposé.

PARTIE 1 Etat de l'art

Cette partie a pour but de présenter l'état de l'art dans le domaine des composites à fibres naturelles. Plus précisément, les caractéristiques mécaniques de ces matériaux sous chargements cycliques et sous impact seront présentées.

CHAPITRE I LES COMPOSITES A FIBRES VEGETALES ..... - 13 -
I.1 Avantages et inconvénients des fibres végétales ..... *- 14 -*
I.2 Le choix des fibres de chanvre ..... *- 17 -*
I.3 Architecture du renfort ..... *- 19 -*
I.3.1 Les fils de fibres végétales ..... - 19 -
I.3.2 Le renfort tissé ..... - 19 -
CHAPITRE II COMPORTEMENT EN FATIGUE DES MATERIAUX COMPOSITES ..... - 21 -
II.1 Définitions des essais de fatigue ..... *- 21 -*
II.1.1 Paramètres d'essais de fatigue uniaxiale ..... - 21 -
II.1.2 Courbes S-N ou courbes de Wöhler ..... - 22 -
II.1.3 Dispersion des essais de fatigue ..... - 23 -
II.2 Influence des conditions d'essais sur le comportement en fatigue des composites ..... *- 24 -*
II.3 Modélisation mathématique des courbes S-N ..... *- 26 -*
II.3.1 Différents modèles ..... - 26 -
II.3.2 Modèle d'Epaarachchi et Clausen ..... - 27 -
II.4 Endommagement en fatigue ..... *- 29 -*
II.4.1 Evolution du module élastique ..... - 29 -
II.4.2 Suivi de l'endommagement par émission acoustique ..... - 30 -
II.4.3 Suivi de l'endommagement par mesure de la température de l'éprouvette ..... - 32 -
II.5 Fatigue de composites à fibres végétales ..... *- 32 -*
CHAPITRE III COMPORTEMENT DES COMPOSITES SOUS IMPACT MECANIQUE ..... - 35 -
III.1 La technique de tour de chute ..... *- 35 -*
III.2 L'endommagement des composites impactés ..... *- 39 -*
III.2.1 Endommagement externe ..... - 39 -
III.2.2 Endommagement interne ..... - 41 -
III.3 Quelques études sur l'impact de composites tissés à fibres naturelles ..... *- 43 -*
III.4 Comportement mécanique des matériaux composites après impact ..... *- 43 -*
III.4.1 Traction résiduelle ..... - 45 -
III.4.2 Fatigue résiduelle ..... - 47 -
BILAN SUR L'ETAT DE L'ART ..... - 49 -

Chapitre I Les composites à fibres végétales

Les matériaux composites résultent de l'association d'un renfort et d'une matrice de matériaux différents afin d'obtenir un matériau affichant des performances globales améliorées pour un besoin spécifique. Les matériaux composites peuvent être classés suivant la nature du renfort (particules ou fibres) et suivant la nature de la matrice [Marcin, 2010].

La rigidité du matériau est assurée principalement par le renfort qui possède des caractéristiques mécaniques beaucoup plus élevées que celles de la matrice. La figure 1.1 illustre les principaux types de renforts fibreux des matériaux composites. Ces fibres sont des filaments de diamètre variant entre 5 et 20 μm.

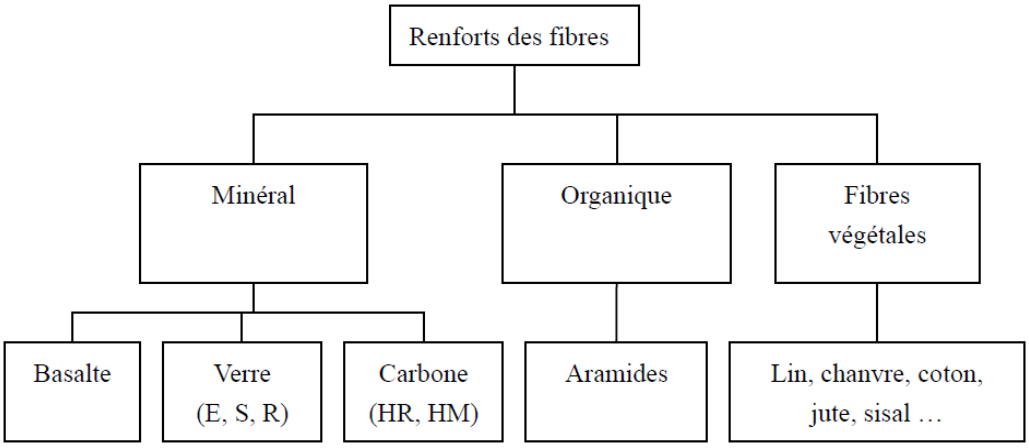


Figure 1.1 - Principaux types de fibres utilisées comme renfort des matériaux composites [Liang, 2012].

La matrice assure le maintien des fibres dans une orientation donnée, permet le transfert des efforts entre les fibres et la protection contre les agressions du milieu ambiant et elle apporte la résistance au cisaillement. Pour des applications à moyenne température (< 300°C) les matrices organiques sont en général utilisées. Les deux types de résine les plus utilisées sont les thermodurcissables et thermoplastiques. Les premières sont des polymères, qui, une fois réticulées, se transforment en matrices infusibles. Les résines thermoplastiques, en revanche, peuvent être alternativement ramollies par chauffage et durcies par refroidissement dans un intervalle de température spécifique au polymère étudié. Les matrices thermodurcissables possèdent des propriétés mécaniques supérieures à celles des

matrices thermoplastiques, notamment celles de la famille des époxy qui dominent parmi les thermodurcissables [Liang, 2012].

Au cours des dernières années, il y a eu un intérêt scientifique et économique croissant pour les fibres végétales en raison de leurs production et élimination écologiques [Corbiere-Nicollier et al., 2001 ; Wambua et al., 2003], accompagnées par des propriétés mécaniques intéressantes [Mishra et al., 2003 ; Faruk et al., 2012]. Les fibres de tiges (chanvre, lin et jute) et les fibres de feuille (sisal) ont été présentées comme de possibles candidates au remplacement des fibres traditionnelles comme renforts pour les applications semi-structurelles, spécialement dans le cas des composites à fibres de verre [Joshi et al., 2004].

I.1 Avantages et inconvénients des fibres végétales

Supériorité écologique et économique

Les avantages écologiques et économiques des fibres végétales reposent sur plusieurs points. Il s'agit tout d'abord de matériaux renouvelables et disponibles, dont la production peut être adaptée à la demande. Ensuite les fibres naturelles présentent un bilan énergétique neutre en fin de vie, contrairement aux fibres synthétiques qui ne peuvent pas être recyclées ou incinérées [Wambua et al., 2003 ; Joshi et al., 2004]. La production de ces fibres nécessite également moins d'énergie que celle des fibres synthétiques [Corbiere-Nicollier et al., 2001], et ont une innocuité physiologique pendant le traitement et l'utilisation [Wielage et al., 2003].

	Natural fibres	Glass fibres
Density	Low	Twice that of natural fibres
Cost	Low	Low, but higher than NF
Renewability	Yes	No
Recyclability	Yes	No
Energy consumption	Low	High
Distribution	Wide	wide
CO_2 neutral	Yes	No
Abrasion to machines	No	Yes
Health risk when inhaled	No	Yes
Disposal	Biodegradable	Not biodegradable

Figure 1.2 - Comparaison de paramètres écologiques entre les fibres de verre et les fibres naturelles [Wambua et al., 2003].

La densité plus faible des fibres naturelles comparée à celle des fibres synthétiques permet de réduire la masse des structures, notamment dans les transports, ce qui diminue donc la consommation des véhicules [Joshi et al., 2004].

Component	Conventional composite materials	Weight (g) of reference component	NFR materials	Weight (g) of NFR component	Weight reduction (%)
Auto side panel	ABS	1125	Hemp-Epoxy	820	27
Auto insulation panel	Glass Fiber—PP	3500	Hemp—PP	2600	26
Transport pallet	Glass Fiber—PP	15,000	China reed—PP	11,770	22

Figure 1.3 - Réduction de masse avec des composites à fibres végétales [Joshi et al., 2004].

Ces composites sont voués à une plus grande utilisation dans un proche avenir, en particulier en Europe, où la pression de la législation et de la population est en hausse [Faruk et al., 2012].

Bonnes propriétés mécaniques spécifiques

Diverses études ont montré les bonnes propriétés mécaniques des fibres végétales, en particulier leurs caractéristiques spécifiques élevées grâce auxquelles elles peuvent rivaliser avec certaines fibres synthétiques en terme de raideur [Wielage et al., 2003 ; Ku et al., 2011]. L'étude de [Wambua et al., 2003] montre que les propriétés spécifiques des fibres naturelles sont dans certains cas supérieures à celles des fibres de verre (Figure 1.4).

	Fibres							
Properties	E-glass	Hemp	Jute	Ramie	Coir	Sisal	Flax	Cotton
Density g/cm^3	2.55	1.48	1.46	1.5	1.25	1.33	1.4	1.51
Tensile strength (MPa)	2400	550–900	400–800	500	220	600–700	800–1500	400
E-Modulus (GPa)	73	70	10–30	44	6	38	60–80	12
Specific (E/d)	29	47	7–21	29	5	29	26–46	8
Elongation at failure (%)	3	1.6	1.8	2	15–25	2–3	1.2–1.6	3–10
Moisture absorption (%)	–	8	12	12–17	10	11	7	8–25

Figure 1.4 - Propriétés de fibres naturelles par rapport à celles des fibres de verre [Wambua et al., 2003].

La figure 1.5 montre que, jusqu'à un taux massique de fibres d'environ 40%, les composites verre/époxy, lin/époxy et chanvre/époxy présentent des caractéristiques mécaniques spécifiques similaires. Ceci suggère que les composites à fibres naturelles ont un potentiel pour remplacer ceux à fibres de verre dans de nombreuses applications semi-structurales.

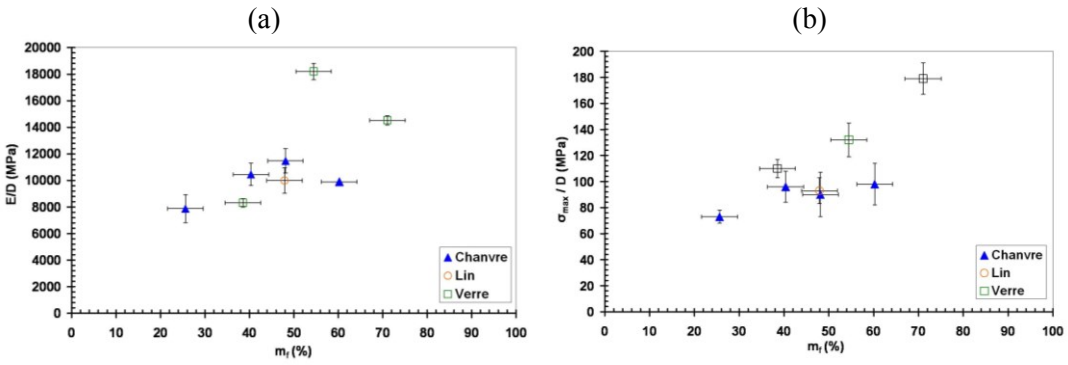


Figure 1.5 - Modules d'Young (a) et contraintes maximales (b) spécifiques de composites verre/époxy, lin/époxy et chanvre/époxy [0/90]n pour différents taux massiques de fibres [Bonnafous, 2010].

Présence de porosités

Les composites à fibres végétales contiennent généralement une grande quantité relative de porosité, ce qui influe considérablement sur les propriétés et les performances des composites. Madsen et al. affirment que la plus grande partie de la porosité dans les matériaux composites à fibres végétales est causée par un certain nombre de facteurs: (i) l'existence de cavités dans les fibres végétales, (ii) la chimie de surface complexe des fibres végétales qui complique la compatibilisation fibre/matrice, (iii) la forme et les dimensions des fibres végétales hétérogènes qui restreignent l'imprégnation de la matrice, et (iv) des bulles d'air emprisonnées dans la matrice (Figure 1.6) [Madsen et al., 2007]. La porosité dans la matrice peut être due à la présence d'air résiduel ou de micro bulles d'eau gazeuse provenant des fibres et piégées au cours du processus de fabrication [Ragoubi et al., 2010].

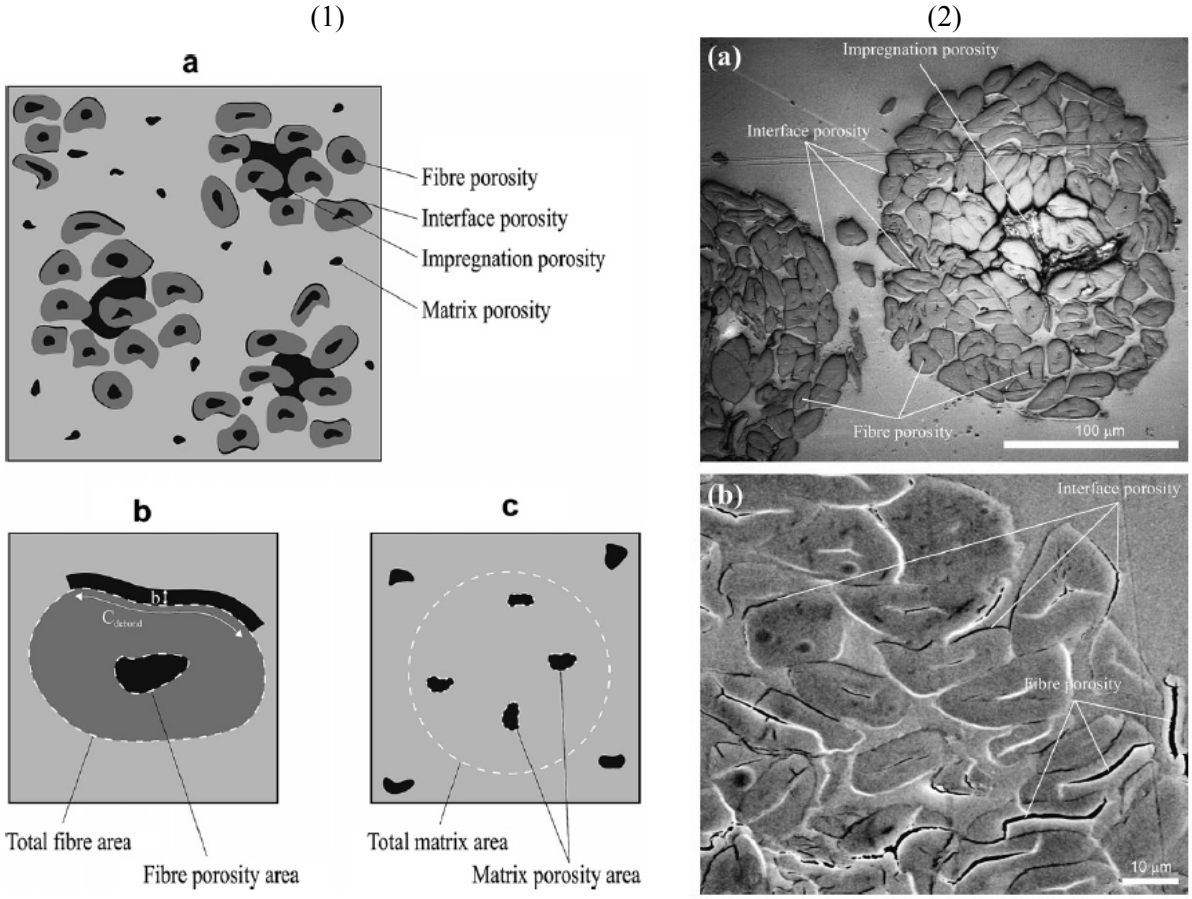


Figure 1.6 - Schémas (1) et photos (2) des quatre différents types de porosité retrouvés dans les composites à fibres végétales [Madsen et al., 2007].

Faible interface

Les problèmes d'adhésion entre la fibre hydrophile et la matrice généralement hydrophobe qui conduisent à des propriétés mécaniques affaiblies sont également un problème qui mérite d'être étudié pour que des améliorations soient apportées [Ku et al., 2011 ; Guillebaud-Bonnafous et al., 2012].

Le travail de Hbib a révélé une corrélation linéaire entre les paramètres de rigidité interfaciales et le critère d'endommagement [Hbib et al., 2011]. Ce résultat suggère que l'amélioration des propriétés d'interface permet un meilleur contrôle de l'apparition de l'endommagement.

En effet, de nombreuses études ont mis en évidence l'influence de divers types de modification de la surface des fibres [Ray et al., 2002 ; Rahman et al., 2008 ; Sawpan et al., 2011 ; Faruk et al., 2012].

Variabilité des propriétés

L'utilisation des fibres végétales dans les composites pour des applications structurales est limitée par des paramètres encore mal connus ou aléatoires. La variété de la plante cultivée, la densité de la plantation, la qualité de la terre, le climat, l'exposition au soleil, la fertilisation ou la période de récolte sont autant de variables, difficilement contrôlables ou incontrôlables, qui influent sur les propriétés de la fibre et donc du composite final [Rahman Khan et al., 2011]. En effet, il y a des études qui analysent l'influence des paramètres de plantation sur les propriétés mécaniques des fibres végétales, comme par exemple l'étude de [Rahman Khan et al., 2011] qui montre une tendance à l'augmentation de la contrainte maximale spécifique des fibres de chanvre avec l'augmentation du taux d'ensemencement, et l'étude de [Abot et al., 2013] qui analyse l'effet des paramètres de culture: la variété du chanvre, la sécheresse du sol, ainsi que le rouissage à l'eau.

I.2 Le choix des fibres de chanvre

Parmi les fibres végétales, la fibre de chanvre est une de celles présentant des propriétés les plus intéressantes. Par exemple, du point de vue écologique, une problématique des fibres végétales est l'utilisation d'engrais pour leur culture, qui peut résulter en émissions élevées de nitrate et de phosphate, ce qui peut contribuer à l'augmentation de l'eutrophisation des plans d'eau locaux [Joshi et al., 2004]. Le chanvre, qui est une plante robuste, a peu besoin d'engrais et de pesticides [Bonnafous, 2010].

Concernant les propriétés mécaniques, les fibres de chanvre se distinguent des autres fibres naturelles, comme on peut le voir dans les résultats de l'étude de [Wambua et al., 2003] qui compare des composites à matrice polypropylène renforcée par différentes fibres naturelles (Figure 1.7). De plus les fibres de chanvre présentent une bonne tenue à l'impact [Meredith et al., 2012].

Les fibres de chanvre, étant des fibres végétales, présentent un comportement complexe sous chargement quasi-statique de traction. Leur comportement est particulier, comme, par exemple,

l'augmentation de la rigidité au début du chargement, qui est certainement liée à des réarrangements structuraux au sein de la structure complexe de la fibre (Figure 1.8) [Placet, 2009].

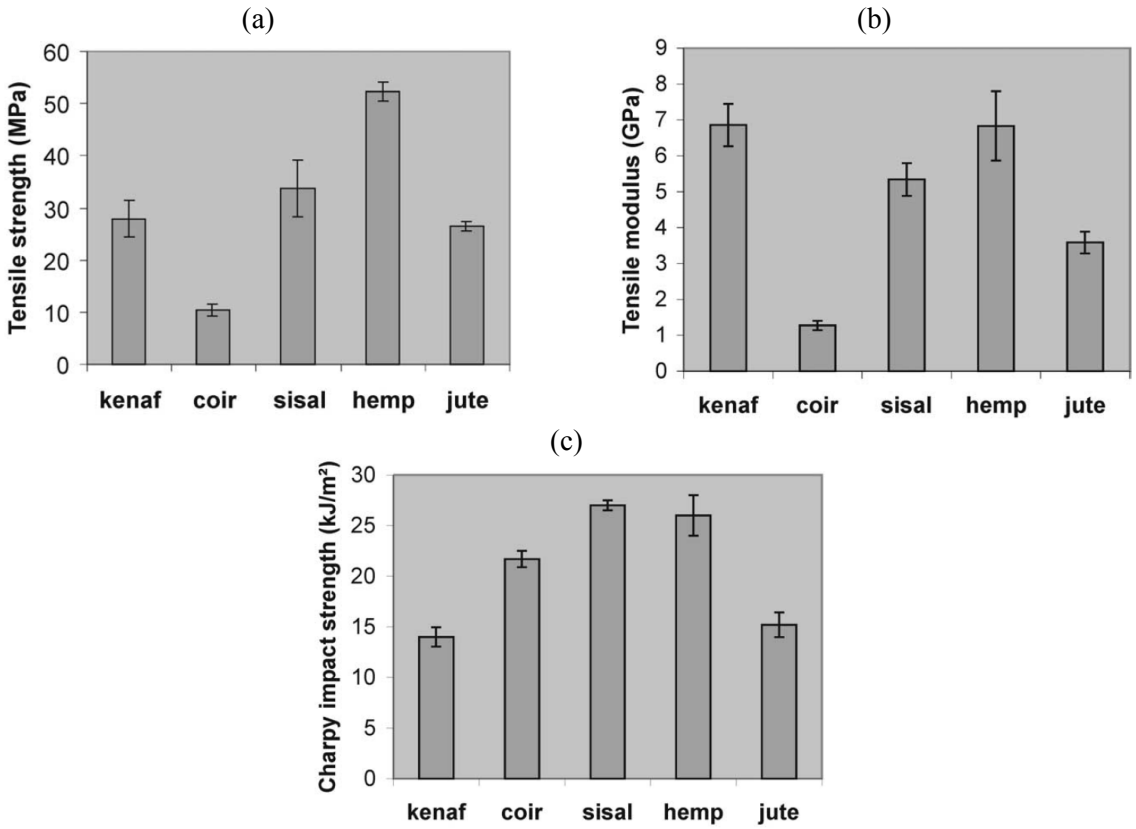


Figure 1.7 - Comparaison de la contrainte à rupture (a), du module d'Young (b) et de la résistance à l'impact Charpy (c) pour différents composites à matrice polypropylène et à fibres végétales [Wambua et al., 2003].

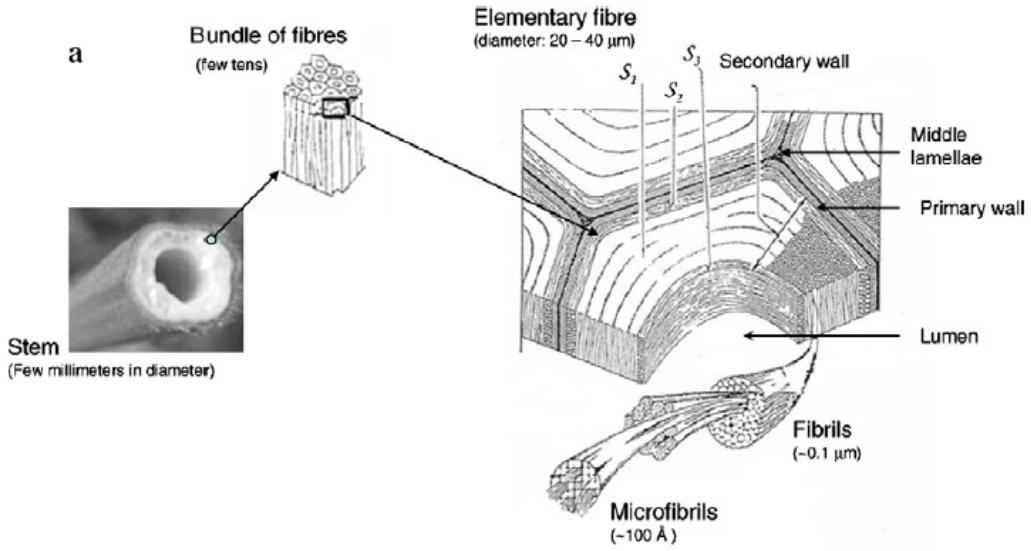


Figure 1.8 - Représentation schématique d'une fibre végétale [Placet, 2009].

I.3 Architecture du renfort

I.3.1 Les fils de fibres végétales

La longueur des fibres naturelles est limitée en raison de leur caractère naturel. Les fibres naturelles sont toujours courtes et discontinues. Les propriétés mécaniques relativement faibles des composites à fibres courtes, qui ne peuvent pas utiliser pleinement la résistance et la rigidité des fibres, ne sont pas adaptées pour la plupart des applications structurales. Afin de bénéficier des excellentes propriétés mécaniques des fibres naturelles, autant que possible, la production de fibres naturelles continues est nécessaire [Ma et al., 2011]. Pour cela, les fibres naturelles sont souvent utilisées sous forme de fils torsadés (Figure 1.9).

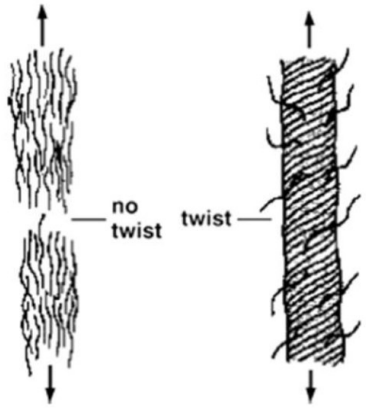


Figure 1.9 - Un fil fait à partir de fibres végétales courtes [Ma et al., 2011].

Le niveau de torsion des fils végétaux a une valeur optimale jusqu'à laquelle l'augmentation de la torsion augmente la résistance du fil. A partir de cette valeur optimale, l'augmentation de la torsion du fil implique une diminution de la résistance du fil en traction et aussi plus de difficulté d'imprégnation de la résine à l'intérieur du fil [Pan, 1993].

I.3.2 Le renfort tissé

On peut trouver de nombreux types de renforts à fibres longues dans les éco-composites, comme des unidirectionnels (UD), ou des tissés (Figure 1.10). Les composites à renfort unidirectionnel ont des propriétés élevées dans la direction des fibres : on a, par exemple, un module de Young de 17600 MPa et une contrainte à rupture de 205 MPa pour un composite chanvre/PET [Madsen et al., 2007]. Cependant, les propriétés sont fortement réduites lors d'essais dans la direction transverse aux fils ; on passe dans ce cas à un module de Young de 3500 MPa et une contrainte à rupture de 19 MPa. Un renfort tissé est plus intéressant puisque, par exemple, dans le cas d'un composite lin/époxy, pour les directions chaîne et trame respectivement, le module de Young passe de 8000 MPa à 6000 MPa et la

contrainte à rupture de 110 MPa à 65 MPa [Bonnafous, 2010]. La réduction des propriétés mécaniques n'est donc pas aussi importante. Même si ces données montrent que les caractéristiques d'un composite à renfort tissé sont globalement inférieures à celles d'un composite UD, le tissé a l'avantage d'être plus facilement mis en forme étant donné sa flexibilité, et les méthodes de tissage, maîtrisées depuis longtemps dans l'industrie textile, simplifient sa fabrication tout en permettant au matériau d'avoir un comportement similaire dans plusieurs directions.

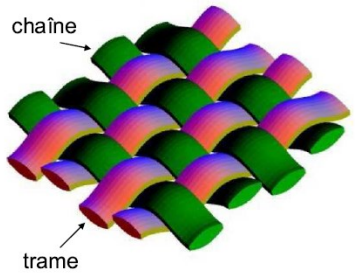


Figure 1.10 - Exemple de tissu 2D [Marcin, 2010].

Les autres avantages des renforts tissés par rapport aux unidirectionnels sont une meilleure tenue aux sollicitations hors-plan, comme par exemple les impacts, et une meilleure tolérance aux défauts, tels que les entailles ou les trous [Marcin, 2010].

Chapitre II Comportement en fatigue des matériaux composites

II.1 Définitions des essais de fatigue

La fatigue est l'endommagement structurel progressif et localisé qui se produit lorsqu'un matériau est soumis à un chargement cyclique. La fatigue des matériaux est étudiée pour divers types de chargement mécaniques comme des chargements uniaxiaux (traction-compression, flexion et torsion), des chargements combinés ou multiaxiaux, et aussi pour des chargements variables.

II.1.1 Paramètres d'essais de fatigue uniaxiale

Les essais de fatigue uniaxiale sont normalement réalisés en contrôle de charge, avec un cycle de charge qui se répète tout au long de l'essai. Les cycles de charge sont normalement de forme sinusoïdale, de fréquence f en Hz, et varient entre une valeur minimale (σ_{min}) et maximale (σ_{max}) (Figure 1.11). Le rapport entre les valeurs minimale et maximale du cycle est le rapport de charge R (Équation 1.1).

$$R = \frac{\sigma_{\min}}{\sigma_{\max}} \qquad \text{Équation 1.1}$$

Dans le cas des essais de traction-compression, la valeur du rapport de charge indique aussi le type d'essai:

→ pour $R>1$, compression pure;

→ pour $0 < R < 1$, traction pure;

→ pour $R < 0$, traction-compression.

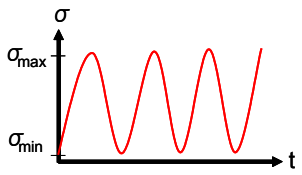


Figure 1.11 - Représentation des cycles de charge d'essai de fatigue uniaxiale.

II.1.2 Courbes S-N ou courbes de Wöhler

La performance des matériaux en fatigue est généralement caractérisée par une courbe S-N, aussi appelée courbe de Wöhler. Elle représente la contrainte maximale appliquée (S) en fonction du logarithme du nombre de cycles à rupture (N) (Figure 1.12).

Elle est obtenue à partir d'essais de fatigue, réalisés pour différents niveaux de contrainte maximale pour un même rapport de charge, pour lesquels sont déterminés les nombres de cycles à rupture. L'allure de la courbe S-N peut être influencée par de nombreux facteurs tels que la température, le drapage et les endommagements initiaux.

Pour certains matériaux, il existe une valeur théorique de contrainte en dessous de laquelle la rupture ne se produira pas, appelée limite de fatigue ou limite d'endurance ou résistance à la fatigue (σ_D) [Karaouni, 2001].

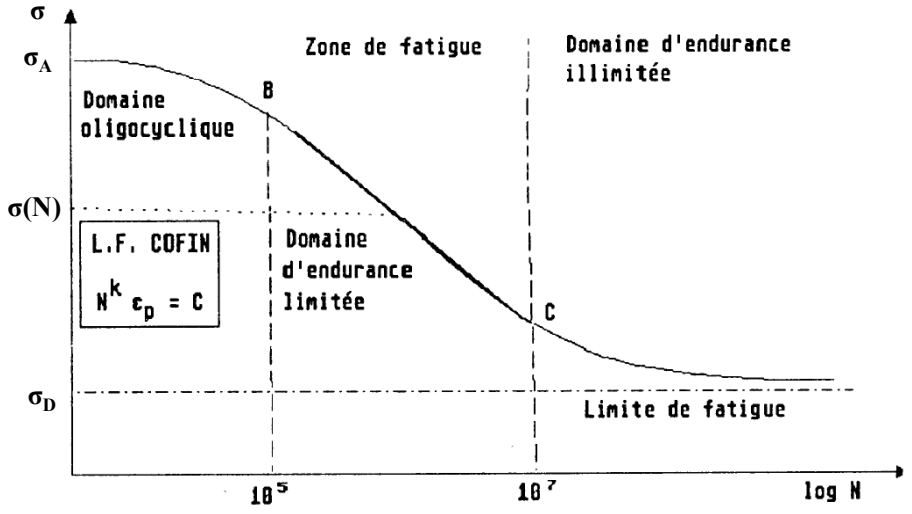


Figure 1.12 - Exemple de courbe typique de fatigue (courbe S-N) [Karaouni, 2001].

Comparaison de courbes S-N de différents matériaux

Une problématique des courbes S-N de fatigue est de pouvoir les comparer entre différents matériaux, car les contraintes maximales appliquées lors des essais de fatigue peuvent varier d'un matériau à l'autre. Pour cette raison, il est de plus en plus courant de trouver dans la littérature la représentation du diagramme S-N normé, où les contraintes maximales de fatigue sont divisées par la contrainte à rupture quasi-statique du matériau [Shah et al., 2013]. Cela permet une comparaison directe du taux de dégradation de la résistance à la fatigue. Parmi les auteurs qui utilisent ce type de courbe, on peut citer : [Hwang et Han, 1986] qui proposent des modèles de courbe S-N ; [Xu et Bhamidipati, 2002] qui comparent les courbes S-N de différents matériaux (Figure 1.13) ; [Mandell et al., 1992 et 1993] qui comparent deux architectures d'un composite à fibre de verre ; [Demers, 1998] qui compare divers types de composites à fibre de verre et étudie l'influence des paramètres d'essai et

du matériau ; [Samborsky, 1999] qui compare les résultats de composite à renfort de verre pour différentes valeurs de *R* ; et [Shah et al., 2013] qui étudient différents composites à fibres végétales et l'influence de paramètres d'essai et du matériau.

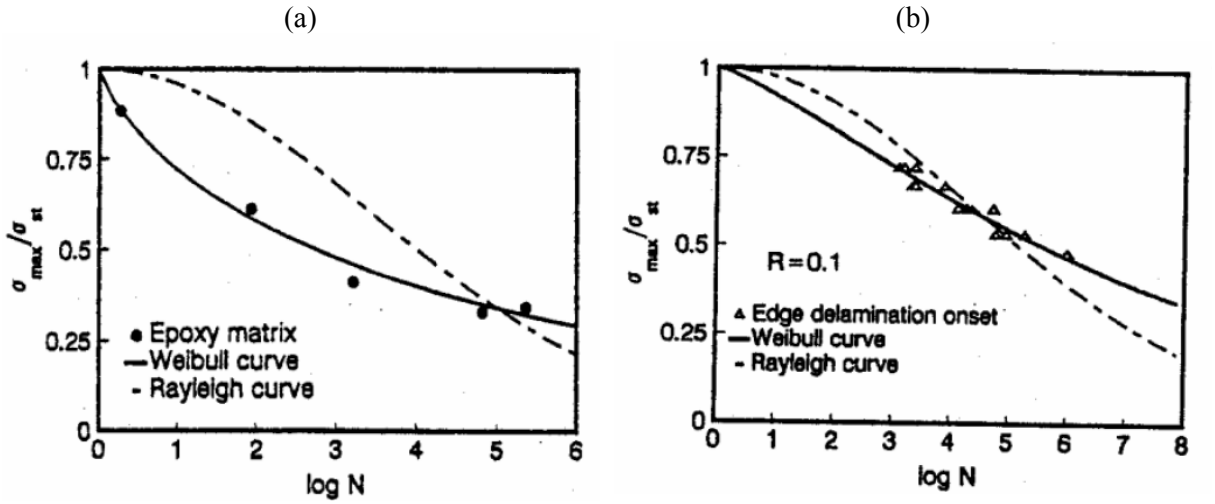


Figure 1.13 - Exemples de courbes S-N normées : (a) résine époxy ; (b) carbone/époxy [45/-45/0-90] [Xu et Bhamidipati, 2002].

II.1.3 Dispersion des essais de fatigue

Il est connu qu'il peut y avoir une dispersion importante dans l'obtention de la courbe S-N d'un matériau, en particulier pour des grandes durées de vie. Pour un niveau de contrainte donné, le rapport entre la valeur maximale et la valeur minimale du nombre de cycles à la rupture peut dépasser une décade. La dispersion des résultats est liée à l'hétérogénéité des matériaux, aux tolérances de fabrication et aux conditions d'essai [Karaouni, 2001 ; Liang, 2012].

La courbe S-N indique seulement la probabilité médiane à 50% d'obtenir une rupture de l'éprouvette, après un certain nombre de cycles sous une sollicitation donnée. Il est donc nécessaire de construire les courbes d'équiprobabilité S-N-P (Stresses, Number of cycles, Probabilistic), qui associent à chaque sollicitation ou nombre de cycles une probabilité de rupture *p*, la courbe de Wöhler étant alors la courbe médiane à 50% (Figure 1.14) [Karaouni, 2001].

Il est normalement admis que soit la distribution de l'effort soit la distribution du logarithme des nombres de cycles suivent une loi normale. Ces deux propriétés indiquent que, en connaissant la moyenne et l'écart type de la population expérimentée, il est possible de déterminer le pourcentage de rupture à partir de la moyenne en se référant à une loi normale.

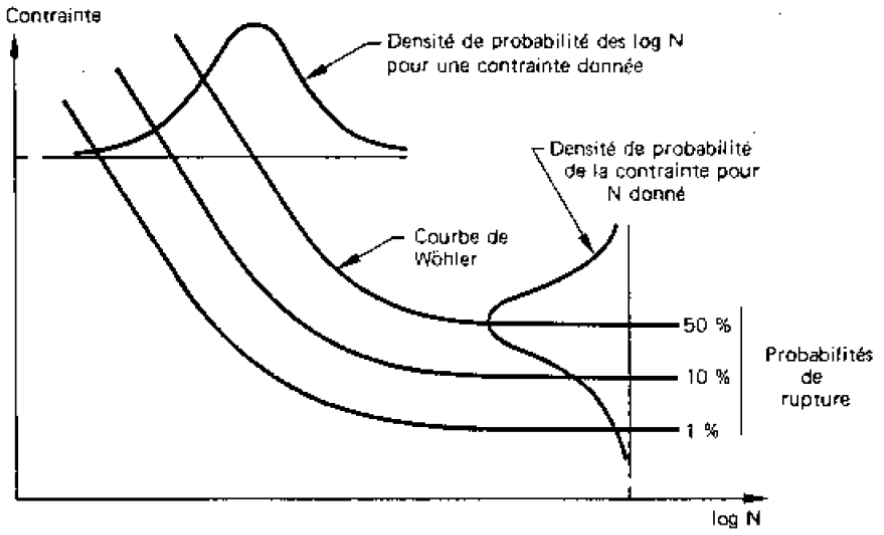


Figure 1.14 - Exemple de courbe de Wöhler probabilisée [Karaouni, 2001].

II.2 Influence des conditions d'essais sur le comportement en fatigue des composites

Les matériaux composites ont de bonnes performances en traction cyclique, comparés aux matériaux métalliques. Un paramètre indicateur de la tenue en fatigue d'un matériau est le rapport de la limite d'endurance sur la contrainte à rupture quasi-statique (σ_D/σ_0). Pour les matériaux composites, ce rapport en traction cyclique se situe entre 0,4 et 0,9, tandis qu'il est inférieur pour les matériaux métalliques (0,3 pour l'aluminium et 0,4 pour le fer et ses alliages) [Renard, 2010].

Une difficulté de l'étude sous sollicitation cyclique des matériaux composites à matrice polymère provient de la viscoélasticité des polymères : leur réponse, en terme de déformation, présente une dépendance temporelle. Il existe un déphasage entre la contrainte appliquée et la déformation, dont la valeur, comprise entre 0° et 90°, dépend du caractère plus ou moins visqueux du matériau ; dans les cas extrêmes, le déphasage est nul (comportement parfaitement élastique) ou égal à 90° (comportement parfaitement visqueux). Ainsi, lorsqu'un matériau viscoélastique est soumis à une sollicitation cyclique périodique, il subit une dissipation d'énergie à chaque cycle. Cette énergie est dissipée sous forme de chaleur et peut également être considérable. Dans le cas des composites à matrice polymère, elle peut se rajouter à l'énergie libérée à cause du frottement des fibres dans la matrice et provoquer dans le polymère, localement, un dépassement de la température de transition vitreuse. Par conséquence, le contrôle de la température des éprouvettes de matériaux composites à matrice polymère est important pour les essais de fatigue.

Rapport de charge (R)

Le rapport de charge est lié à l'amplitude de chargement. Pour des amplitudes de charge faibles, les gradients de contrainte et de déformation dans les fibres, matrice et interface sont moins importants. Cela signifie une réduction de la cinétique de croissance des fissures et une diminution moins importante de la résistance en fatigue avec l'augmentation du nombre de cycles. Donc, pour des essais en traction-compression ou en traction pure, la durée de vie en fatigue augmente avec l'augmentation de la valeur de R utilisée lors des essais [Caprino et D'Amore, 1998 ; Demers, 1998 ; Samborsky, 1999 ; Philippidis et Vassilopoulos, 2000 ; Epaarachchi et Clausen, 2003 ; Shah et al., 2013].

Fréquence des cycles de charge (f)

Du fait de la nature viscoélastique des matériaux utilisés comme matrice des composites, il a été trouvé que l'augmentation de la fréquence de charge implique une augmentation de la durée de vie en fatigue, à condition que l'augmentation de la température interne du composite soit négligeable. Pour des fréquences élevées (supérieures à environ 5 Hz), la température interne des composites augmente significativement ce qui entraîne une diminution de la durée de vie en fatigue [Demers, 1998 ; Epaarachchi et Clausen, 2003].

Taux volumique des fibres (v_f)

Contrairement au cas des efforts statiques, en fatigue l'augmentation du taux volumique des fibres (v_f) n'entraîne pas d'amélioration des propriétés mécaniques des composites et a même l'effet contraire.

Des auteurs ont montré que la variation de la performance en fatigue avec l'augmentation de v_f est négligeable pour des composites avec v_f relativement bas (moins que 40%) [Shah et al., 2013] et pour des composites où l'interface fibre/matrice est faible [Gassan, 2002]. En plus, il a été montré que la résistance à la fatigue a tendance à se dégrader avec l'augmentation de la teneur en fibres, pour des taux volumiques plus importants (supérieurs à 40%) [Samborsky, 1999 ; Gassan, 2002 ; Shah et al., 2013]

Cela s'explique par le fait que l'augmentation du taux volumique de fibres conduit à plus d'interfaces fibre/matrice, plus d'interactions/contacts fibre-fibre et à plus de régions de fractions volumiques locales élevées en raison de l'augmentation de la compression des fils et torons. Bien que l'interface permette le transfert des contraintes entre la fibre et la matrice, c'est aussi la région de plus grand gradient de contrainte/déformation. Par conséquent, l'interface est le lieu où les microfissures sont le plus susceptibles de se développer et se propager. L'augmentation du taux volumique de fibres implique un rapprochement des fibres et, donc, les gradients de contrainte/déformation à l'interface sont encore plus élevés, ce qui conduit à la croissance accélérée de la fissure [Shah et al., 2013].

Architecture du renfort

Généralement les composites avec renfort unidirectionnel subissent moins de dégradation en fatigue que les composites à renfort tissé [Gassan, 2002 ; Shah et al., 2013]. En relation avec l'orientation du renfort, Mandell et al. ont montré que, pour les composites à fibres de verre UD, les stratifiés d'orientation 0/±45° présentent une dégradation relative en fatigue moins importante que ceux d'orientation 0° [Mandell et al., 1992 et 1993]. De plus, les résultats de [Shah et al., 2013] montrent une durée de vie relativement supérieure pour un composite lin/polyester stratifié $[\pm 45°]_4$ par rapport à un UD $[0]_4$.

II.3 Modélisation mathématique des courbes S-N

Des recherches approfondies sur la modélisation en fatigue des matériaux composites renforcés par des fibres ont été réalisées au cours des dernières décennies. Beaucoup de modèles ont été proposés pour prédire l'accumulation d'endommagement et la résistance à la fatigue de composites avec différentes séquences d'empilement, différents types de fibre et de matrice, dans des conditions de chargement variables [Degrieck et Van Paepegem, 2001].

II.3.1 Différents modèles

Parmi les principaux travaux dans ce domaine, on retrouve l'étude de [Hwang et Han, 1986] qui propose un modèle de prévision de la durée de vie en fatigue de composites à fibres de verre, en utilisant une loi puissance pour relier la dégradation de la rigidité au nombre de cycles. La relation entre dégradation de la rigidité du composite et le nombre de cycles en fatigue a été utilisée aussi par [Philippidis et Vassilopoulos, 2000] pour des composites verre/polyester et par [El Mahi et Bezazi, 2008] pour la fatigue en flexion de composites verre/époxy et verre+kevlar/époxy.

En utilisant des calculs par éléments finis, des auteurs ont proposé des modèles de durée de vie en fatigue basés sur l'accumulation progressive d'endommagement, comme par exemple les études de [Wen et Yazdani, 2008] et de [Passipoularidis et al., 2011], et de Van Paepegem et Degrieck pour la fatigue en flexion [Van Paepegem et Degrieck, 2001a, 2001b, 2002a, 2002b, 2003].

D'autres auteurs se sont focalisés sur des modèles qui relient le nombre de cycles en fatigue à la résistance résiduelle, comme par exemple [Xu et Bhamidipati, 2002] qui montrent leur application pour différents types de composites, et aussi [Philippidis et Passipoularidis, 2007] et [Post et al., 2008]. Pour essayer de résoudre le problème de la difficulté de mesurer la résistance avec un test non destructif, [Philippidis et Assimakopoulou, 2008a et 2008b] proposent un modèle pour composites verre/époxy qui relie la résistance résiduelle aux données d'émission acoustique.

D'Amore et al. [D'Amore et al., 1996] ont développé un modèle basé sur la résistance résiduelle qui prend en compte l'effet du rapport de charge (R). Leur modèle a été initialement développé et vérifié pour les composites à fibres courtes de verre et résine thermodurcissable. Plus tard, Caprino et D'Amore ont vérifié l'applicabilité du modèle à un composite de tissu de verre/polypropylène en fatigue en flexion [Caprino et D'Amore, 1998] (Figure 1.15a) et aussi à un composite de tissu de verre/époxy en fatigue en compression [Caprino et Giorleo, 1999] (Figure 1.15b). Ce modèle a servi d'origine pour le développement du modèle d'Epaarachchi et Clausen [Epaarachchi et Clausen, 2003], qui prend en compte la fréquence utilisée lors des essais de fatigue et qui sera détaillé ci-après (II.3.2).

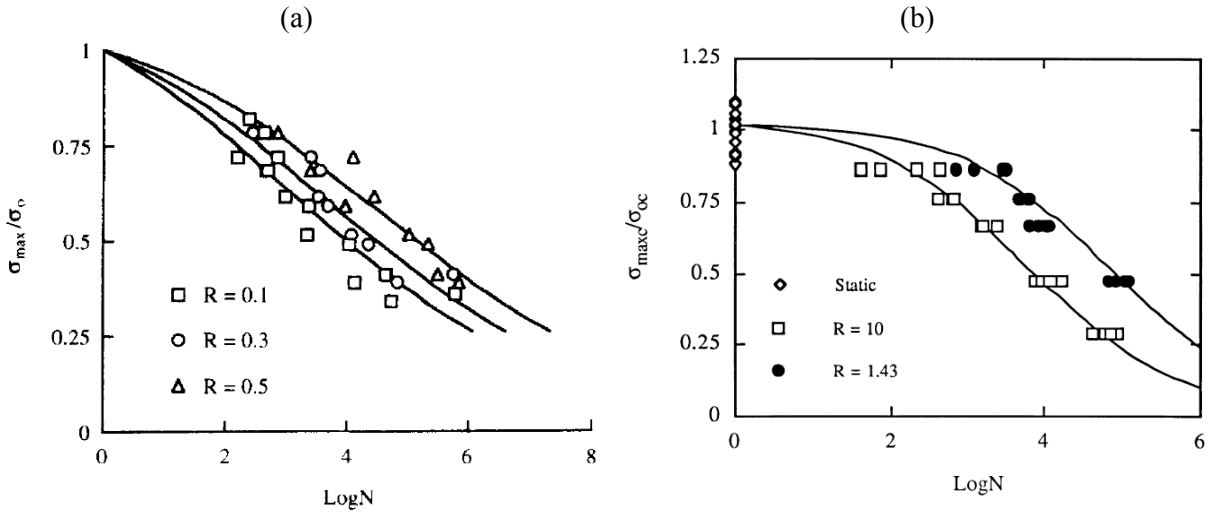


Figure 1.15 - Exemples de modèle de prévision de courbe S-N : (a)[Caprino et D'Amore, 1998] sur composite tissé verre/PP et (b)[Caprino et Giorleo, 1999] sur composite tissé verre/époxy.

II.3.2 Modèle d'Epaarachchi et Clausen

Le modèle proposé par Epaarachchi et Clausen décrit la dégradation de la résistance d'une éprouvette de composite à fibres de verre soumise à un chargement cyclique d'amplitude constante. Sur la base du modèle de D'Amore et al. [D'Amore et al., 1996 ; Caprino et D'Amore, 1998], ce modèle commence par une équation déterministe pour le taux de dégradation de la résistance du composite en fonction de la fatigue :

$$\frac{d\sigma}{dN} = -C_1 N^{-m_1} \qquad \text{Équation 1.2}$$

où σ est la résistance résiduelle après N cycles, C_1 et m_1 sont des constantes matériau et N est le nombre de cycles de fatigue.

A partir de l'équation 1.2 et de l'hypothèse que la rupture par fatigue se produit lorsque la résistance résiduelle dans l'éprouvette, dans la direction de la charge de fatigue, est égale à la contrainte maximale appliquée (σ_{max}) [D'Amore et al., 1996], Epaarachchi et Clausen déterminent que le nombre

de cycles nécessaires pour dégrader la résistance du matériau, de σ_0 (contrainte à rupture quasi-statique) jusqu'à σ_{max}, correspondant au nombre de cycles de fatigue à la rupture (Nf), est donné par l'équation 1.3 :

$$N_f = \left[1 + \left(\frac{\sigma_{0,\theta}}{\sigma_{\max}} - 1 \right) \frac{f^{\beta}}{\alpha (1-R)^{\lambda - R|\sin\theta|}} \left(\frac{\sigma_{0,\theta}}{\sigma_{\max}} \right)^{\lambda - 1 - R|\sin\theta|} \right]^{\frac{1}{\beta}} \qquad \text{Équation 1.3}$$

avec :

θ : orientation des fibres les plus proches de la direction de chargement ;

$\sigma_{0,\theta}$: contrainte à rupture en traction du composite étudié ;

σ_{max} : contrainte maximale de fatigue appliquée ;

f : fréquence de fatigue ;

R : rapport de charge de fatigue en traction-traction ;

α et β : paramètres liés au composite étudié ;

λ : paramètre fixé à 1,6 par [Epaarachchi et Clausen, 2003].

Ce modèle fournit donc le nombre de cycles de fatigue à rupture (N_f) en fonction de la fréquence (f), du rapport de charge (R) et du rapport entre la contrainte à rupture en traction ($\sigma_{0,\theta}$) et la contrainte maximale de fatigue appliqué (σ_{max}). Les paramètres α et β doivent être déterminés expérimentalement pour chaque type d'échantillon.

Pour déterminer ces deux paramètres α et β, l'équation 1.3 doit être écrite sous la forme :

$$\alpha \left(N_f^{\beta} - 1 \right) = \left(\frac{\sigma_{0,\theta}}{\sigma_{\max}} - 1 \right) \frac{f^{\beta}}{(1-R)^{1,6 - R|\sin\theta|}} \left(\frac{\sigma_{0,\theta}}{\sigma_{\max}} \right)^{0,6 - R|\sin\theta|} \qquad \text{Équation 1.4}$$

Ensuite la valeur de β doit être déterminée de sorte que, pour les résultats expérimentaux de fatigue, le membre droit de l'équation 1.4 tracé en fonction de $(N_f^{\beta}-1)$ forme une droite qui passe par l'origine. La valeur de la pente de cette droite est la valeur de α. Des exemples d'application de ce modèle sont présentés dans la figure 1.16.

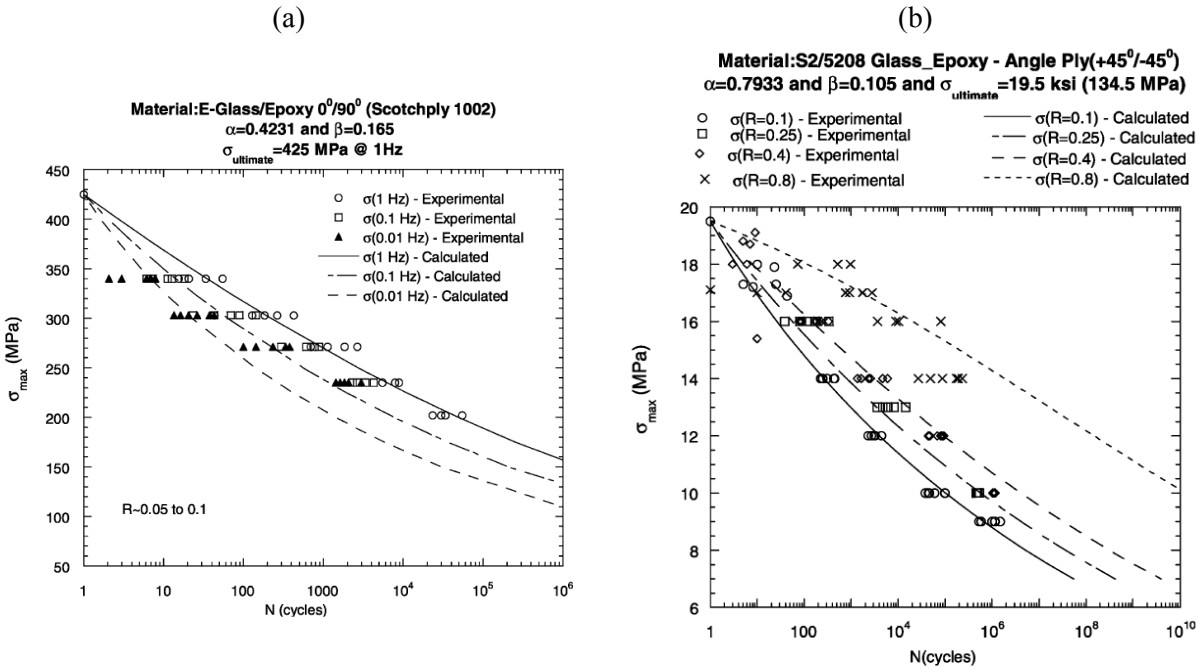


Figure 1.16 - Exemples d'application du modèle de [Epaarachchi et Clausen, 2003].

II.4 Endommagement en fatigue

L'évolution de l'endommagement en fatigue d'un matériau composite peut être suivie par différentes méthodes, comme par mesure de paramètres mécaniques (module de rigidité et déformation résiduelle [Vallons et al., 2007 ; Liang et al., 2012]) et aussi par mesure des événements acoustiques [Kotsikos et al., 2000] ou de la température de l'éprouvette [Ferreira et al., 1999].

II.4.1 Evolution du module élastique

Les premières études sur la dégradation de la rigidité en fatigue de matériaux composites ont été menées par les groupes de recherche de Reifsnider [Reifsnider et al., 1983] et Schulte [Schulte et al., 1985]. Ces études ont distingué trois étapes distinctes dans l'évolution de la rigidité en fonction du nombre de cycles de fatigue (Figure 1.17) :

→ La zone initiale (phase I), avec une diminution rapide de la rigidité.

→ Une région intermédiaire (phase II), dans laquelle une réduction supplémentaire de la rigidité a lieu dans un mode approximativement linéaire par rapport au nombre de cycles.

→ Et une zone finale (phase III), dans laquelle la rigidité diminue fortement jusqu'à la rupture de l'éprouvette.

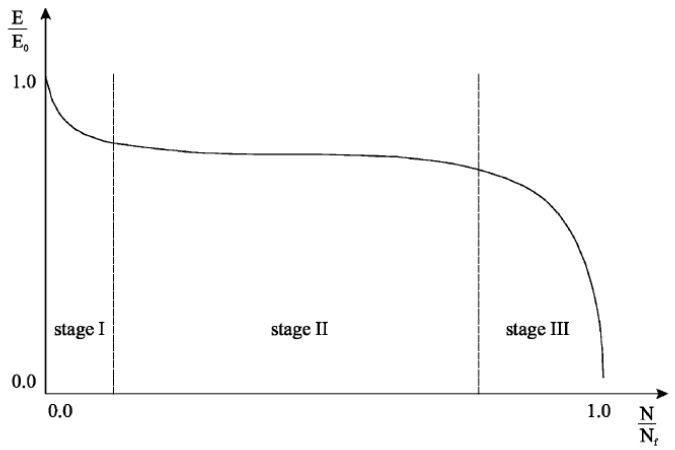


Figure 1.17 - Courbe typique de la dégradation de la rigidité pour une large gamme de matériaux composites renforcés par des fibres [Van Paepegem et Degrieck, 2002a].

Dans son étude sur la fatigue traction-traction de composites carbone/époxy, [Schulte et al., 1985] ont proposé des mécanismes d'endommagement pour ces trois phases :

→ Phase I : Le développement de fissures transversales dans la matrice est le principal processus responsable de la réduction de la rigidité constatée dans cette première étape ;

→ Phase II : Les mécanismes d'endommagement prédominants sont le développement des délaminages et des fissures longitudinales supplémentaires le long des fibres à 0° ;

→ Phase III : Dans cette phase, une modification du mode d'endommagement se produit, les premières fractures de fibres initiales conduisent à des ruptures complètes de torons de fibres.

Ces trois phases de l'endommagement des composites en fatigue sont souvent retrouvées sur divers types de composites et d'essais de fatigue. Par exemple, [Dyer et Isaac, 1998] ont retrouvé ces phases sur des composites verre/polyester et verre/polyuréthane pour des stratifiés [0°/90°] et [±45°] ; [Tsai et al., 2000] parle de trois phases d'endommagement pour un composite carbone/époxy avec un tissu 3D ; [Pandita et al., 2001] retrouvent ces phases pour composites verre tissé/époxy, [Van Paepegem et Degrieck, 2002a et 2002b] pour des composites verre tissé/époxy en flexion et [Vallons et al., 2007] pour des composites carbone/époxy.

II.4.2 Suivi de l'endommagement par émission acoustique

L'émission acoustique (EA) est une technique bien connue pour l'analyse des endommagements et de la rupture dans les matériaux composites. Cette méthode est très sensible et peut être utilisée pour étudier l'évolution des endommagements en temps réel [Godin et al., 2006]. Il a été démontré que l'évolution des évènements acoustiques est généralement corrélée à la réduction de la rigidité du matériau composite [Dzenis, 2003 ; Bourchak et al., 2007].

[Kotsikos et al., 2000] ont vérifié une corrélation entre l'évolution de la rigidité en fatigue et celle des événements acoustiques pour des composites verre tissé/polyester en flexion. Ils ont aussi montré

la correspondance entre les événements acoustiques de haute amplitude (>85 dB) et les ruptures de fibres.

[Pandita et al., 2001] ont retrouvé trois phases dans l'évolution des événements acoustiques pour la fatigue de composites verre tissé/époxy, comme dans l'évolution de l'endommagement.

[Dzenis, 2003] a conduit des études d'EA dans un composite carbone/époxy sollicité en fatigue oligocyclique en traction. Son analyse montre que l'endommagement en fatigue se développe principalement pendant la phase de chargement du cycle. Il précise que la distribution aléatoire des endommagements indique que les processus de fatigue dominants sont la nucléation et l'accumulation d'endommagements. Il retrouve aussi trois phases dans l'évolution du nombre cumulé d'événements acoustiques.

[Leone et al., 2006] ont utilisé l'émission acoustique pour faire une prévision de la résistance résiduelle de composites verre tissé/époxy après fatigue en flexion. Ils ont montré que l'application d'un réseau de neurones artificiels est efficace dans l'interprétation des signaux d'émission acoustique générés par le matériau composite pré-fatigué, ce qui permet une prédiction très précise de sa résistance résiduelle.

[Bourchak et al., 2007] utilisent l'énergie cumulée des événements acoustiques comme base d'un modèle de prévision de la durée de vie en fatigue de composites carbone/époxy, car cette technique révèle les seuils de phases d'endommagement en fatigue (Figure 1.18).

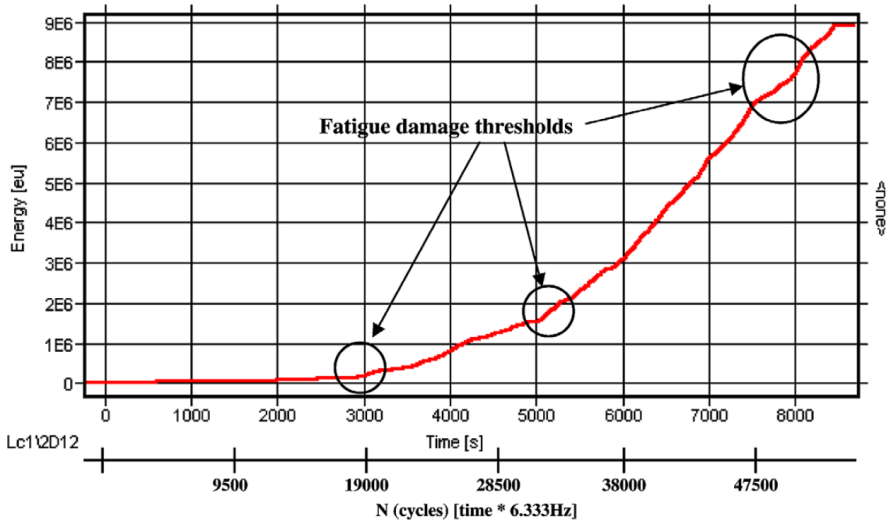


Figure 1.18 - Energie cumulée des événements acoustiques montrant des seuils d'endommagement par fatigue, identifiés par des changements de pente [Bourchak et al., 2007].

Les travails de Philippidis et Assimakopoulou sur des structures en composite verre/époxy ont montré une corrélation entre la dégradation de la rigidité et les grandeurs caractéristiques mesurées par émission acoustique [Philippidis et Assimakopoulou, 2008a et 2008b].

Egalement concernant des structures en composite, [Unnthorsson et al., 2008] ont travaillé sur une prothèse de pied en composite carbone/époxy, et leurs résultats montrent que la technique d'EA peut

être utilisée pour déterminer l'endommagement de composites de formes complexes dans des conditions de chargement de fatigue. Etant donné la complexité de la forme de la structure, la méthode de transformée de Fourier de courte durée a été appliquée au signal d'EA.

Finalement, la seule étude que nous avons trouvée, qui se rapproche du domaine de la fatigue et qui utilise l'émission acoustique, est celle de [De Rosa et al., 2012], dans laquelle ils étudient le comportement en flexion cyclique de composites à fibres végétales. Ils analysent le comportement post-impact de composites chanvre (mat)/polyester (Figure 1.19). Ils ont montré en particulier que, pour les essais cycliques, les événements acoustiques de grande amplitude, qui sont généralement liés à la rupture de fibres, sont plus fréquents pour les niveaux de charge plus élevés.

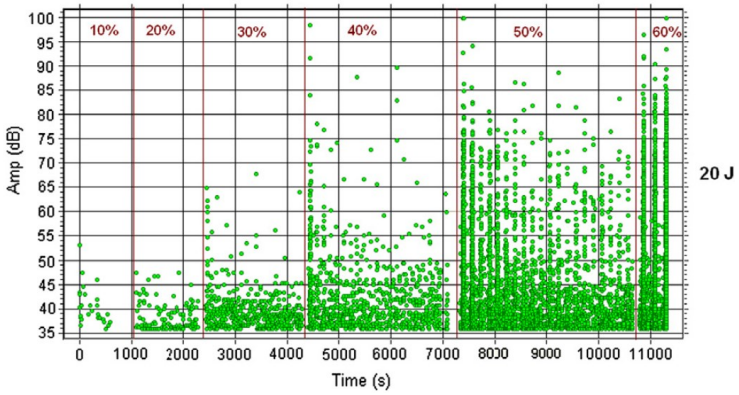


Figure 1.19 - Amplitude des évènements acoustiques en fonction du temps, lors d'un essai de flexion cyclique, pour un composite chanvre(mat)/polyester impacté [De Rosa et al., 2012].

II.4.3 Suivi de l'endommagement par mesure de la température de l'éprouvette

L'évolution de la température sur la surface de l'échantillon permet de caractériser la dégradation par fatigue des matériaux composites [Toubal et al., 2006]. [Ferreira et al., 1999] ont mesuré la température surfacique des éprouvettes de composite verre tissé/polypropylène avec un thermocouple et ont trouvé une corrélation entre l'évolution de la température maximale et l'évolution de la rigidité. [Toubal et al., 2006] ont aussi retrouvé une bonne corrélation entre l'évolution de la température des éprouvettes de composite carbone/époxy et l'évolution de la rigidité, mais dans ce cas la température a été mesurée par camera infrarouge, comme l'ont fait aussi [Fruehmann et al., 2010] pour suivre l'évolution de la température lors d'essais en fatigue de composites verre tissé/époxy.

II.5 Fatigue de composites à fibres végétales

Il y a un manque flagrant de données de fatigue sur les composites à fibres végétales, ce qui limite sérieusement leur utilisation future dans des pièces pour lesquelles la fatigue est un facteur critique [Shah et al., 2013]. Les études sur la fatigue des composites à fibres végétales sont plutôt récentes, et les principales sont présentées ici.

[Towo et Ansell, 2008a et 2008b] ont montré que le traitement des fibres de sisal avec une solution de NaOH 0,06 M améliore la résistance à la traction des composites à fibre de sisal et résine polyester mais n'influence pas nécessairement la vie en fatigue surtout à des niveaux de contrainte faibles. Ils ont montré aussi que les composites sisal/époxy, fabriqués avec des fibres de sisal traitées, n'ont pas une durée de vie en fatigue nettement améliorée par rapport à ceux réalisés avec des fibres non traitées, et ils ont attribué ce constat à la forte liaison formée entre la résine époxy et les fibres de sisal non traitées. Ces auteurs indiquent également que les composites dissipent plus d'énergie pendant les premiers cycles ; de grandes boucles d'hystérésis sont observées pendant les premiers cycles (Figure 1.20) indiquant une plus grande dissipation d'énergie à l'interface fibre-matrice. La diminution de l'aire de la boucle d'hystérésis pour un nombre élevé de cycles est conforme à la rigidification des composites dans la direction des fibres, comme illustré par la légère augmentation de la pente de la zone de chargement de la boucle d'hystérésis. Dans leurs travaux, ils concluent également que la variabilité des propriétés des fibres naturelles n'augmente pas les dispersions sur les durées de vie en fatigue qui sont équivalentes de celles obtenues pour des composites à fibres synthétiques.

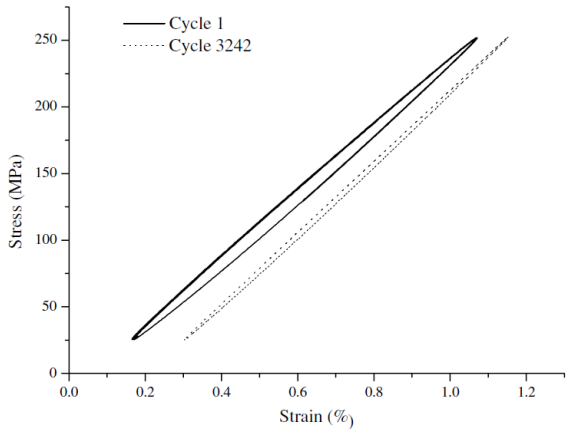


Figure 1.20 -Boucles d'hystérésis pour un cycle initial et un cycle final de fatigue d'un composite à fibres de sisal et à matrice époxy [Towo et Ansell, 2008a].

[Shahzad et Isaac, 2009] ont caractérisé le comportement en fatigue d'un composite chanvre (mat)/polyester. Ils montrent que les composites chanvre/polyester ont une sensibilité à la fatigue similaire à celle des composites à fibres de verre. En plus, une pré-alcalinisation des fibres conduit à une amélioration de la résistance à la fatigue de ces composites. Ces composites n'ont montré aucune altération de leur résistance à la fatigue sous influence de l'eau. D'autre part, ces composites ont montré peu de dégradation de la rigidité ou peu d'endommagement pendant l'essai de fatigue, avant la rupture fragile soudaine. Les auteurs concluent aussi que la dégradation de la résistance à la fatigue est supérieure en traction-compression qu'en traction-traction.

Liang et al. ont étudié le comportement en fatigue de composites lin/époxy, en les comparant à des composites verre/époxy. Ils ont fait des études thermographiques préliminaires qui ont suggéré une fréquence de test maximale de 5 Hz par rapport à l'élévation de la température. L'analyse des

déformations minimales à chaque cycle a mis en évidence des déformations cycliques permanentes pour toutes les éprouvettes testées. Concernant la rigidité, les éprouvettes $[0/90]_{3S}$ en verre/époxy montrent une perte finale de 7 à 25% selon le niveau de chargement. En revanche, une augmentation du module de l'ordre de 2% est constatée pour le composite à fibres de lin. Pour Liang et al., ce phénomène de raidissement peut être expliqué par l'effet d'auto-redressement de la fibre de lin en association avec le réalignement des microfibrilles contenues dans la fibre. La perte finale du module est de 15-20% et de 50-70% pour les éprouvettes $[\pm 45]_{3S}$ de composite à fibres de lin et à fibres de verre, respectivement, ce qui suggère que les composites à fibres de lin offrent une performance cyclique plus stable que les composites à fibres de verre [Liang, 2012 ; Liang et al., 2012].

Enfin [Shah et al., 2013] ont étudié le comportement en fatigue de divers composites à fibres végétales alignées, fabriqués par infusion. Ils ont analysé l'effet de plusieurs facteurs : (i) le type et la qualité des fibres végétales, (ii) la fraction volumique de fibres, (iii) l'architecture textile, et (iv) le rapport de charge en fatigue. A chaque fois, la résistance à la fatigue des composites à fibres végétales a été comparée à celle des composites verre/polyester. Ils ont montré que les équations de régression en loi puissance sont une bonne représentation des courbes S-N pour les composites à fibres végétales. Ils ont conclu que, bien que le type et la qualité de la fibre végétale, l'architecture du tissu et la teneur en fibres des composites aient un impact significatif sur les propriétés statiques (en traction), ces paramètres ont peu d'impact sur la fatigue de ces matériaux. Les rapports de charge plus élevés conduisent à l'amélioration des performances en fatigue. Les mécanismes et les modes de rupture des composites sont les mêmes pour tous les types de fibres végétales, mais dépendent de la teneur en fibres, de l'architecture textile et du rapport de charge (R). Finalement ils concluent que, même si la performance absolue en fatigue des composites à fibres de verre est de loin supérieure à celle des composites à fibres végétales, les cinétiques de dégradation de la résistance à la fatigue sont plus faibles dans les composites à fibres végétales que dans les composites à fibres de verre (Figure 1.21).

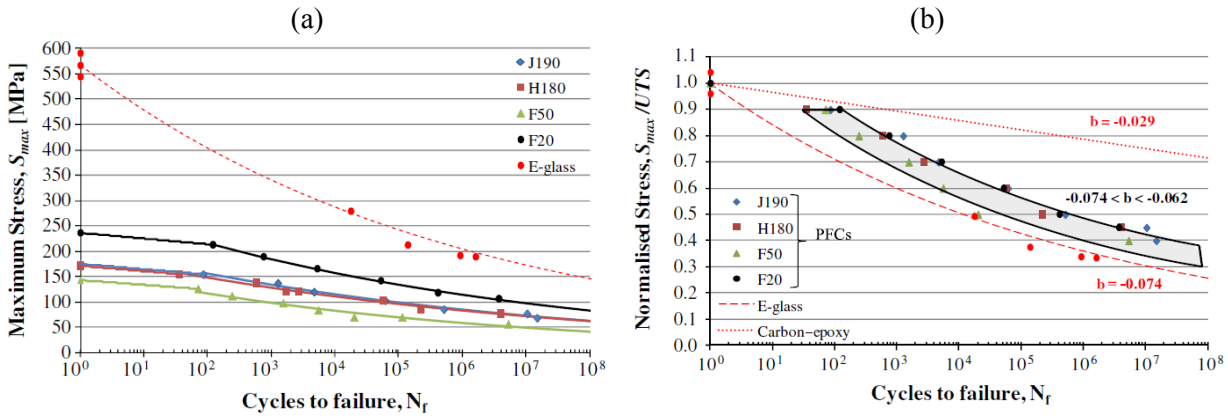


Figure 1.21 - Courbes S-N absolues (a) et relatives (b) pour des composites à fibres de verre et/ou de carbone et des composites à fibres végétales testés en fatigue en traction [Shah et al., 2013] : J pour jute, H pour Hemp et F pour Flax.

Chapitre III Comportement des composites sous impact mécanique

Les impacts à basse vitesse sont inévitables pour des pièces en service et sont souvent indétectables à l'œil. Divers programmes de recherche ont été menés pour pouvoir obtenir une meilleure compréhension du comportement sous impact des matériaux composites [Cantwell et Morton, 1991].

Généralement, les tests d'impact sur les matériaux composites sont classés en deux grandes catégories: impact à basse et à haute vitesse. L'impact à haute vitesse est caractérisé par la pénétration dans l'échantillon ou sa perforation, accompagnée par des ruptures de fibres. La technique d'essai la plus courante est le test d'impact balistique [Nunes et al., 2004 ; Duell, 2004]. Des chocs lasers permettent également de créer des impacts à très haute vitesse [Ecault et al., 2013]. L'impact à basse vitesse est caractérisé par du délaminage et la fissuration de la matrice [Azouaoui et al., 2001 ; Padaki et al., 2008 ; Richardson et Wisheart, 1996]. Les techniques d'essai les plus utilisées sont l'essai Charpy et l'impact par tour de chute. La méthode Charpy n'est pas appropriée pour certains composites, à cause de l'anisotropie du matériau [Duell, 2004 ; Ku et al, 2005]. Ainsi, la méthode la plus couramment utilisée pour étudier la tenue à l'impact à basse vitesse des composites est celle par tour de chute.

III.1 La technique de tour de chute

Cette technique de test d'impact permet de simuler une grande variété de chargements d'impact réels, tels que la chute d'outils, l'impact d'oiseaux et de grêlon, et le contact avec d'autres matériaux [Hosseinzadeh et al., 2006 ; Rajesh Mathivanan et Jerald, 2010].

Elle repose sur l'utilisation d'un impacteur instrumenté, monté sur une traverse qui glisse le long de rails de guidage lisses afin de libérer l'impacteur à une hauteur désirée. Après le premier impact sur l'échantillon, un mécanisme anti-rebond est activé pour empêcher l'impacteur de retomber sur l'échantillon.

Pendant les essais d'impact, la force de résistance exercée par l'échantillon sur l'impacteur est mesurée pour une cellule de charge dynamique, et les données sont stockées en fonction du temps par le logiciel d'acquisition. Un indicateur de vitesse enregistre la vitesse initiale de l'impacteur au moment de l'impact (v_0).

À partir des données de charge et du temps, le logiciel calcule d'autres paramètres de l'impact, tels que la vitesse instantanée, le déplacement et l'énergie absorbée [Pucci, 2012].

La courbe charge-temps (Figure 1.22) montre que la charge augmente jusqu'à une valeur maximale (peak load), ensuite la charge diminue puis finalement atteint zéro, ce qui correspond au rebond de l'impacteur. La charge maximale (peak load) est définie comme la charge maximale que le composite peut tolérer avant que l'endommagement ne devienne plus important [Padaki et al., 2008].

La courbe charge-temps a une partie initiale linéaire, qui est la réponse élastique de l'échantillon. À partir d'un certain point, la courbe charge-temps entre en régime non-linéaire, ce qui représente le début de l'endommagement de l'échantillon. Ce point de début de la partie non-linéaire, seuil de l'endommagement, est appelé « incipient damage point » [Scarponi et al., 2009 ; Ghasemi Nejhad et Parvizi-Majidi, 1990].

A partir de ce type de courbe, il est aussi possible de mesurer le temps de contact entre l'impacteur et l'échantillon, qui correspond au temps pendant lequel la charge est différente de zéro [Scarponi et al., 2009 ; Sabeel Ahmed et al., 2007 ; David-West et al., 2011 ; Reis et al., 2012].

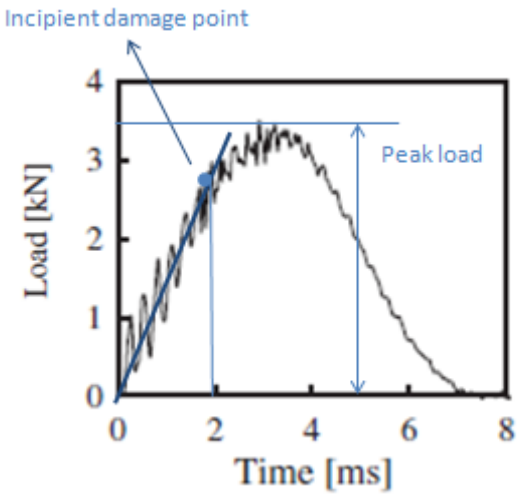


Figure 1.22 – Exemple de courbe charge-temps pour un essai d'impact [Reis et al., 2012].

Le déplacement (ou déflexion) maximal et le temps correspondant peuvent être déterminés à partir de la courbe déplacement-temps (Figure 1.23) [Scarponi et al., 2009 ; Sabeel Ahmed et al., 2007 ; David-West et al., 2011 ; Reis et al., 2012]. Cette courbe augmente jusqu'à un maximum, qui est le déplacement maximum, puis diminue à cause du retour élastique du matériau. Le déplacement peut même atteindre des valeurs négatives lorsque l'impacteur rebondit.

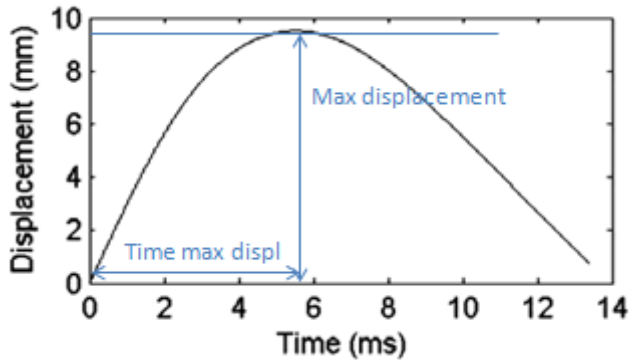


Figure 1.23 - Exemple de courbe déplacement-temps pour un essai d'impact [Hebert et al., 2008].

La courbe énergie-temps est présentée dans la figure 1.24. En effet, en appliquant le principe de la conservation de l'énergie au système « impacteur + échantillon », l'énergie d'impact (E_{impact}) peut être écrite comme suit [Shim et Yang, 2005 ; Bueno et al., 2008]:

$$E_{impact} = E_c(t) + E_p(t) + E(t) \qquad \text{Équation 1.5}$$

où $E_c(t)$, $E_p(t)$, $E(t)$ sont, respectivement, l'énergie cinétique, l'énergie potentielle et l'énergie transmise à l'échantillon. A l'instant $t=0$, lorsque l'impacteur touche l'échantillon, l'énergie d'impact est complètement transformée en énergie cinétique, ainsi :

$$E_{impact} = E_c(0) = \frac{1}{2} m v_0^{\,2} \qquad \text{Équation 1.6}$$

Comme illustré dans la figure 1.24, d'abord l'énergie atteint une valeur maximale, qui est l'énergie d'impact (E_{impact}). Ensuite, l'énergie décroît, à cause du retour élastique, jusqu'à un niveau constant d'énergie, qui est l'énergie absorbée [Scarponi et al., 2009 ; Sabeel Ahmed et al., 2007 ; David-West et al., 2011 ; Reis et al., 2012].

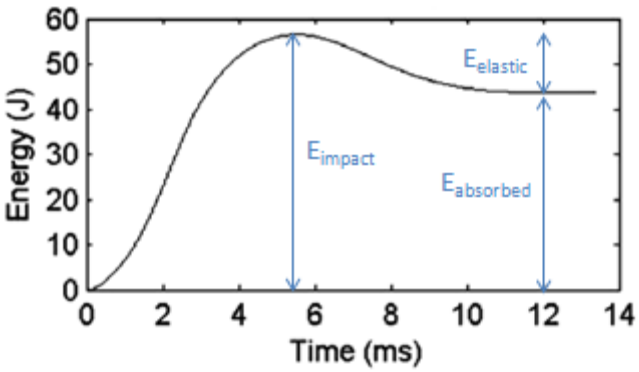


Figure 1.24 - Exemple de courbe énergie-temps pour un essai d'impact [Hebert et al., 2008].

Par conséquent, il est possible de définir l'énergie élastique ($E_{elastic}$), qui est la quantité d'énergie récupérée après l'impact, et l'énergie absorbée ($E_{absorbed}$), qui est la différence entre l'énergie d'impact et l'énergie élastique (Équation 1.7).

$$E_{impact} = E_{elastic} + E_{absorbed} \qquad \text{Équation 1.7}$$

L'énergie absorbée peut être séparée en deux termes (Équation 1.8) : l'énergie dépensée pour produire les endommagements ($E_{damaged}$) et l'énergie dissipée par le système (E_{disp}) sous différentes formes (vibrations, chaleur, etc.). L'énergie absorbée peut être aussi calculée à partir de l'équation 1.9, où v_0 et v_r sont respectivement les vitesses initiale et finale de l'impacteur [Dhakal et al., 2007].

$$E_{absorbed} = E_{damaged} + E_{disp} \qquad \text{Équation 1.8}$$

$$E_{absorbed} = \frac{1}{2} m({v_0}^2 - {v_r}^2) \qquad \text{Équation 1.9}$$

Finalement, l'énergie de l'endommagement ($E_{damaged}$) peut être divisée en trois composantes principales (Équation 1.10) : l'énergie d'indentation ($E_{identation}$), l'énergie d'endommagement de la matrice (E_{dm}) et l'énergie liée à la rupture de fibre (E_{df}) [Scarponi et al., 2009].

$$E_{damaged} = E_{identation} + E_{dm} + E_{df} \qquad \text{Équation 1.10}$$

La courbe charge-déplacement (Figure 1.25) indique une réponse élastique jusqu'au point du seuil d'endommagement. Comme dans la courbe charge-temps, ce point peut coïncider avec la charge maximale (Figure 1.25a), ou il peut se situer avant le maximum, en raison d'un changement de la pente (Figure 1.25b). A partir de cette courbe charge-déplacement, il est aussi possible de mesurer la rigidité, qui est la pente de la partie linéaire.

Selon la littérature, les valeurs de la rigidité ne changent pas substantiellement avec l'énergie d'impact, tandis que la charge maximale (peak load) augmente avec le niveau d'énergie [De Rosa et al., 2012 ; Shim et Yang, 2005 ; Ahmed et al., 2007 ; Belingardi et Vadori, 2002 ; Scarponi et al., 2009]. Ceci pourrait suggérer qu'avec l'augmentation de l'énergie d'impact, davantage d'énergie élastique est stockée par l'échantillon [De Rosa et al., 2012]. De plus, la rigidité d'impact est un paramètre important du matériau, car il affecte la charge maximale et la zone endommagée [Padaki et al., 2008].

Dans la figure 1.25, on observe qu'au-delà d'un niveau de charge donné, supérieur au seuil d'endommagement, une variation de la rigidité se produit indiquant une dégradation structurale, et après la déflexion maximale, le déplacement diminue en raison du retour élastique [Scarponi et al., 2009].

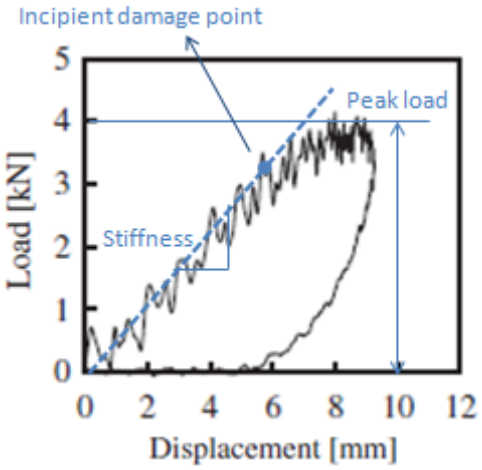


Figure 1.25 Exemple de courbe charge-déplacement pour un essai d'impact [Reis et al., 2012].

Enfin, il est important de noter que les courbes charge-temps et charge-déplacement peuvent comporter des oscillations, qui sont dues aux vibrations de l'échantillon. Elles dépendent de la rigidité et de la masse de l'échantillon et de l'impacteur, l'échantillon étant excité par la variation rapide des grandeurs cinématiques au moment de la collision [Reis et al., 2012].

III.2 L'endommagement des composites impactés

En plus de l'analyse des courbes d'impact et des paramètres, il est important de réaliser des observations de l'endommagement causé par l'impact. D'après la littérature [Santulli et Cantwell, 2001 ; Caprino et al., 2011] , pour des énergies d'impact relativement faibles, l'endommagement des composites commence par la fissuration de la matrice et les décohésions fibre/matrice. L'endommagement des fibres n'a lieu que pour des niveaux d'énergie plus élevés.

III.2.1 Endommagement externe

L'endommagement issu de l'impact sur les composites peut être étudié par l'analyse de la face impactée (avant) et de la face opposée à l'impact (arrière) [Dehkordi et al., 2010 ; De Rosa et al., 2012] (Figure 1.26).

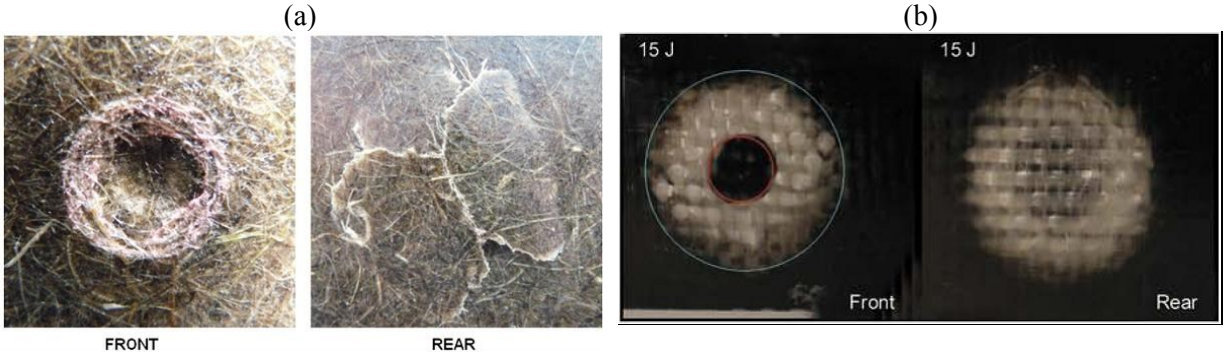


Figure 1.26 - Faces avant et arrière d'échantillons impactés de composite de mat de fibres de chanvre et résine polyester [De Rosa et al., 2012] (a), et de composite tissé à fibres de verre et de basalte [De Rosa et al., 2011] (b).

Pour les composites tissés, il a été constaté que les fissures sur la face arrière ont tendance à être orientées à 45° par rapport aux fils du tissu pour les impacts de faible énergie, puis s'orientent dans les directions des fils pour des énergies d'impact plus élevées (Figure 1.27) [Scarponi et al., 2009]. De plus, pour les composites où le nombre de fils dans la direction de chaîne est supérieure à celui dans la direction de trame, la fissure est légèrement plus longue dans la direction de chaîne que dans celle de trame ; cela peut être dû à une plus grande résistance à la propagation de la fissure dans la direction de la trame compte tenu du plus grand nombre de fils dans la direction de la chaîne [Sabeel Ahmed et al., 2007].

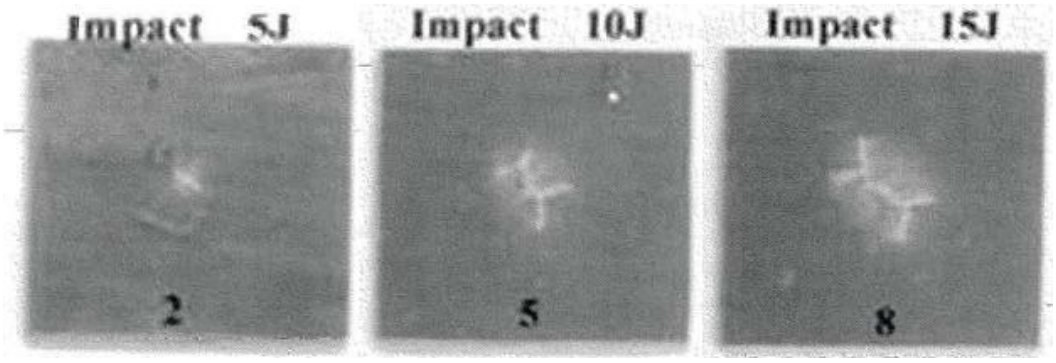


Figure 1.27 - Photos de la face arrière d'échantillons de composite chanvre/époxy impactés avec différentes énergies [Scarponi et al., 2009].

La surface endommagée de la face arrière est un paramètre indicateur de la tenue à l'impact des composites. Cependant, il n'existe pas de norme qui uniformise sa mesure, et donc on retrouve diverses méthodes de mesure de cette surface endommagée dans la littérature. Le plus souvent, cette mesure est faite sur des photos de la face endommagée, par les méthodes présentées dans la figure 1.28 : soit en considérant une surface circulaire ou elliptique qui englobe l'endommagement extérieur visible, soit en quantifiant le nombre de pixels présents dans la zone endommagée [Karakuzu et al., 2010].

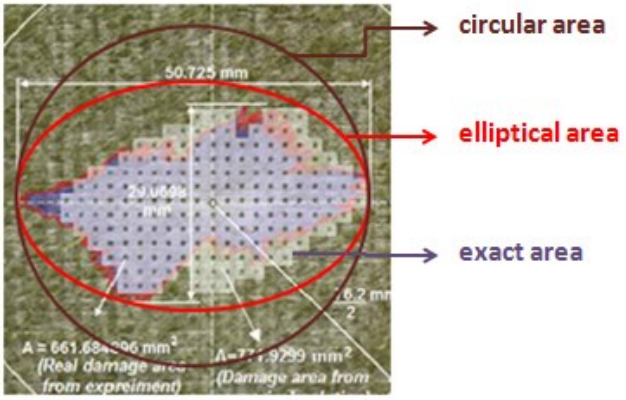


Figure 1.28 - Différentes méthodes de mesure de l'endommagement en face arrière [Karakuzu et al., 2010].

La figure 1.29 représente l'aire de la surface endommagée sur la face arrière en fonction de l'énergie d'impact pour un composite jute/polyester. L'endommagement de la face arrière augmente significativement avec l'énergie d'impact [Scarponi et al., 2009 ; Santulli et Cantwell., 2001].

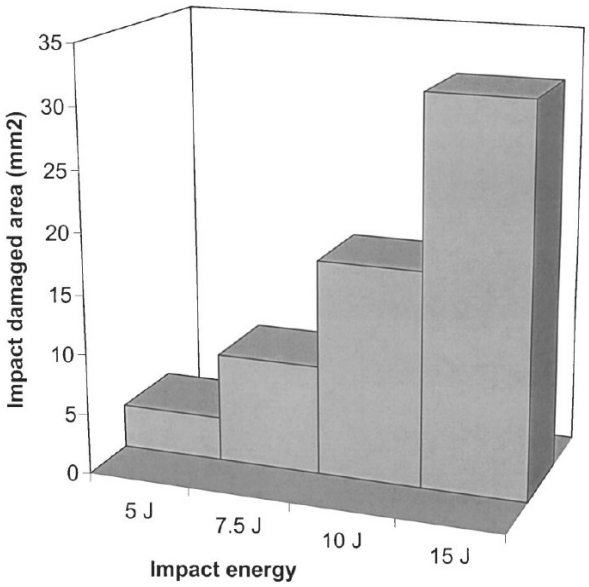


Figure 1.29 - Aire de la surface endommagée sur la face arrière en fonction de l'énergie d'impact pour un composite jute/polyester [Santulli et Cantwell, 2001].

III.2.2 Endommagement interne

Même si aucun endommagement par impact n'est observé à la surface de l'échantillon, des endommagements internes pourraient apparaître dans le matériau, ce qui affecterait les performances du composite. L'endommagement dans l'épaisseur peut être observé par microscopie d'une section transversale polie (Figure 1.30).

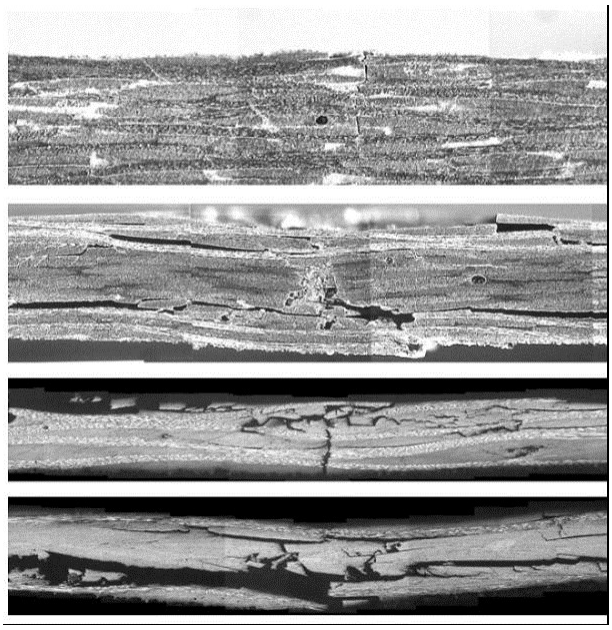


Figure 1.30 - Observation microscopique de sections transversales d'échantillons impactés de composites carbone/époxy [Quaresimin et al., 2013].

Des études ont montré que la forme typique de l'endommagement interne par impact sur les composites stratifiés est conique dans l'épaisseur, avec la zone endommagée qui s'agrandit de la face avant vers la face arrière (Figure 1.31) [Hosur, Karim et al., 2003 ; Shyr et Pan, 2003 ; Petit et al., 2007 ; Tan et al., 2011]. Ces endommagements internes peuvent être des délaminages, des décohésions à l'interface fibre/matrice, des fissures matricielles et des ruptures de fibres.

Les décohésions à l'interface fibre/matrice sont généralement les premiers types d'endommagement induits par l'impact à basse vitesse [Ghasemi Nejhad et Parvizi-Majidi, 1990]. Les fissures matricielles se propagent radialement à partir de la face impactée et sont orientées à 45° [Shyr et Pan, 2003 ; Petit et al., 2007]. Des délaminages peuvent se produire à partir d'un certain seuil d'énergie d'impact [Richardson et Wisheart, 1996]. Finalement, les ruptures de fibres peuvent avoir lieu, lorsque l'effort de traction atteint une valeur extrême dans les fibres.

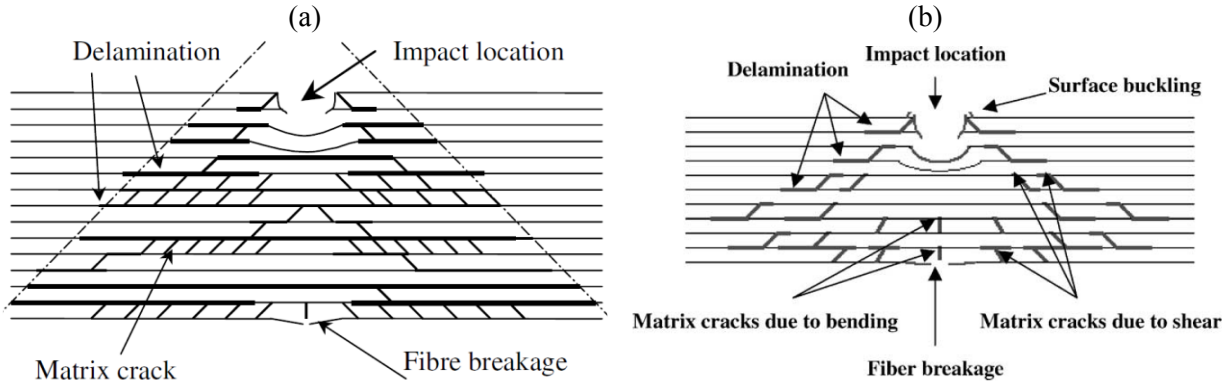


Figure 1.31 - Modes typiques d'endommagement dans les composites : (a) [Petit et al., 2007] et (b) [Shyr et Pan, 2003].

Le comportement sous impact dépend non seulement du matériau étudié, mais également d'autres facteurs, tels que la taille et la masse de l'impacteur [Padaki et al., 2008], l'épaisseur de l'échantillon [Naik et al., 2000 ; Mohamed Kaleemulla et Siddeswarappa, 2011] et sa géométrie [Cantwell et Morton, 1989 ; Dhakal et al., 2012].

III.3 Quelques études sur l'impact de composites tissés à fibres naturelles

Il y a encore une faible connaissance de la réponse des composites à fibres naturelles aux impacts. Dans la littérature, peu d'études ont été réalisées sur des composites à fibres naturelles et la plupart sont sur les fibres courtes. Il y a peu de données sur le comportement des composites tissés à fibres naturelles.

Particulièrement pour les fibres de chanvre, [Scarponi et al., 2009] ont étudié le comportement sous impact d'un composite tissu de chanvre/époxy, fait de 14 couches de tissu avec l'orientation 0°/90°. L'épaisseur des échantillons était de 5,1 mm. Le diamètre de l'impacteur hémisphérique était de 12,7 mm et sa masse de 3,966 kg. La zone endommagée a été mesurée approximativement comme la surface d'un cercle dont le diamètre est la plus grande dimension de l'endommagement. Les résultats de ce travail ont été comparés avec ceux obtenus par les mêmes auteurs, dans des conditions similaires, sur des composites tissu de verre/vinylester et tissu de jute/vinylester, mais avec un nombre de couches et une épaisseur différents. Le composite tissu de verre/vinylester avait 10 plis et une épaisseur de 8 mm, et le tissu de jute/vinylester avait 10 couches et une épaisseur de 4 mm. En résultat de leur analyse, ils ont conclu que le composite chanvre/époxy présente un bon comportement à l'impact par rapport à d'autres composites à fibres naturelles [Scarponi et al., 2009].

[Sabeel Ahmed et al., 2007] ont étudié la tolérance aux impacts à faible vitesse d'un composite de jute tissé et résine polyester (8 plis de tissu, une épaisseur de 6,8 mm et un taux volumique de fibres de 42%). Le diamètre de l'impacteur hémisphérique était de 12,7 mm et sa masse de 2,59 kg. Ces auteurs ont testé des composites soit 100% tissu de jute, soit avec ajout de plis de tissu de verre. Ils ont montré que les composites à renfort de jute ont une plus grande capacité d'absorption de l'énergie d'impact mais une moins bonne tolérance aux endommagements que les composites hybrides verre/jute.

III.4 Comportement mécanique des matériaux composites après impact

Il est indispensable, pour une pièce industrielle, de connaître son comportement mécanique résiduel après impact. L'étude du comportement mécanique après impact des matériaux composites est réalisée sur des éprouvettes qui sont découpées dans les plaques impactées (Figure 1.32).

Le tableau 1.1 présente une synthèse des références utilisées concernant le comportement mécanique des composites après impact. Pour chaque référence, on indique le type de composite étudié, le type d'essai mécanique utilisé et le type d'essai d'impact.

On constate qu'il y a très peu de données disponibles sur le comportement mécanique après impact des composites à fibres naturelles, et encore moins à fibres naturelles tissées. De plus, on n'a trouvé aucune référence concernant la fatigue post-impact de ce type de composite.

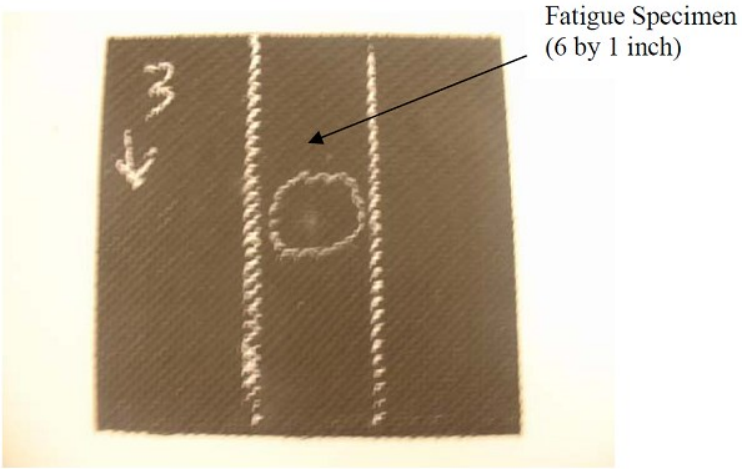


Figure 1.32 - Exemple d'éprouvette de fatigue découpée dans une plaque impactée [Hosur, Jeelani et al., 2003].

Référence	Type de composite	Essai mécanique	Essai d'impact
[Tai et al., 1999]	Carbone/époxy	Traction et fatigue	Tour de chute
[Santulli et Cantwell, 2001]	Jute tisse/polyester	Traction	Tour de chute
[Kang et Kim, 2004]	Carbone/époxy	Traction et fatigue	Balistique
[Sabeel Ahmed et al., 2007]	Jute(tissu)+verre(mat)/polyester	Traction	Tour de chute
[Yuanjian et Isaac, 2007]	Chanvre(mat)/polyester et ±45° verre/polyester	Traction et fatigue	Tour de chute
[Yuanjian et Isaac, 2008]	0°/90° et ±45° verre/polyester	Traction et fatigue	Tour de chute
[Shahzad, 2011]	Chanvre(mat)+verre/polyester	Traction	Tour de chute
[Reis et al., 2012]	Kevlar/époxy	Traction	Tour de chute
[De Rosa et al., 2009]	Jute+verre/polyester	Flexion	Tour de chute
[Kang et Kim, 2009]	Verre/époxy	Flexion	Tour de chute
[De Rosa et al., 2011]	Verre+basalte/vinylester	Flexion	Tour de chute
[De Rosa et al., 2012]	Chanvre(mat)/polyester	Flexion statique et cyclique	Tour de chute
[Shim et Yang, 2005]	Carbone/époxy	Compression et Flexion	Tour de chute
[Hosur, Jeelani et al., 2003]	Carbone/vinylester	Compression et fatigue	Tour de chute
[Petit et al., 2007]	Carbone/époxy	Compression	Tour de chute
[Komus, 2010]	Carbone/époxy	Compression et fatigue	Tour de chute
[Garnier et al., 2013]	Carbone/époxy	Fatigue (traction-compression)	Tour de chute

Tableau 1.1 - Synthèse des références concernant le comportement mécanique des composites après impact.

III.4.1 Traction résiduelle

Les effets de l'impact sur les propriétés mécaniques des composites en traction sont généralement étudiés à partir de l'influence de l'impact sur la contrainte à la rupture et sur le module d'Young du composite.

La contrainte à rupture après impact (contrainte à rupture résiduelle) varie selon l'énergie d'impact qui a été appliquée, comme on peut le voir sur la figure 1.33. On distingue trois régions (Figure 1.33a) : la région I où il n'y pas d'influence de l'impact puisque l'énergie utilisée est inférieure au seuil d'initiation d'endommagement ; la région II, à partir du seuil d'endommagement, où la contrainte à rupture décroît rapidement avec l'énergie d'impact ; et la région III, où la contrainte à rupture résiduelle a une valeur constante, indépendante de l'énergie d'impacte, car pour ces niveaux d'énergie élevés l'impact a conduit à la perforation de l'échantillon. Dans la région III, la contrainte à rupture résiduelle en traction peut être estimée en considérant l'endommagement causé par l'impact comme équivalent à un trou de la taille de l'impacteur. Le minimum de la région II est inférieur à la valeur constante de la région III, car, pour les niveaux d'énergie correspondant à la région II, l'endommagement s'étend sur une surface plus grande que pour les impacts de forte énergie, pour lesquels l'endommagement est plus localisé (perforation) [Richardson et Wisheart, 1996].

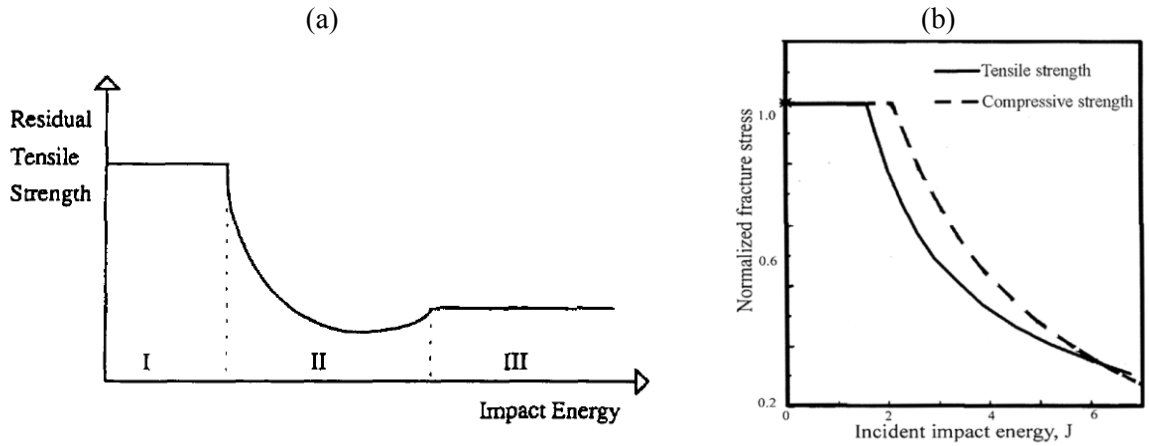


Figure 1.33 - Courbes typiques de la contrainte à rupture résiduelle en fonction de l'énergie d'impact : (a) [Richardson et Wisheart, 1996] et (b) [Padaki et al., 2008].

Ce type de courbe représentant l'effet de l'impact sur la contrainte à rupture en traction de composites est souvent trouvé dans la littérature. La figure 1.34a montre l'exemple d'un composite à fibres de verre (0/90) et résine polyester [Yuanjian et Ysaac, 2008], et la figure 1.34b celui d'un composite à fibres de carbone (0/90/0) et résine époxy [Kang et Kim, 2004].

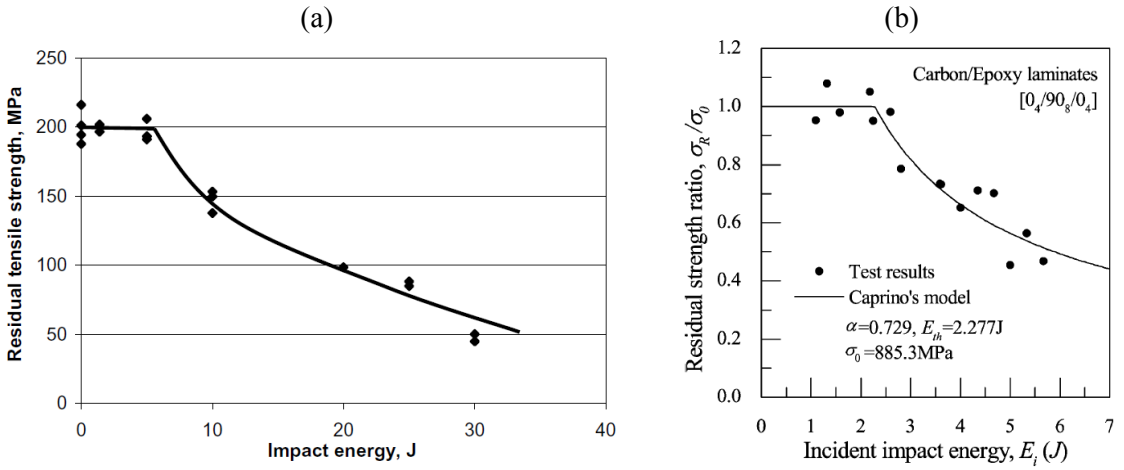


Figure 1.34 - Exemples de courbes de contrainte à rupture résiduelle en fonction de l'énergie d'impact : (a) verre (0/90)/polyester [Yuanjian et Ysaac, 2008] et (b) carbone(0/90/0)/époxy [Kang et Kim, 2004].

Il est important de noter que si le niveau d'énergie d'impact utilisé lors du test est supérieur au seuil d'endommagement, alors ce seuil et, a fortiori la région I, n'apparaissent pas sur la courbe, comme pour l'exemple de la figure 1.35a pour un composite à renfort hybride (tissu de jute et mat de verre) et à résine polyester [Sabeel Ahmed et al., 2007].

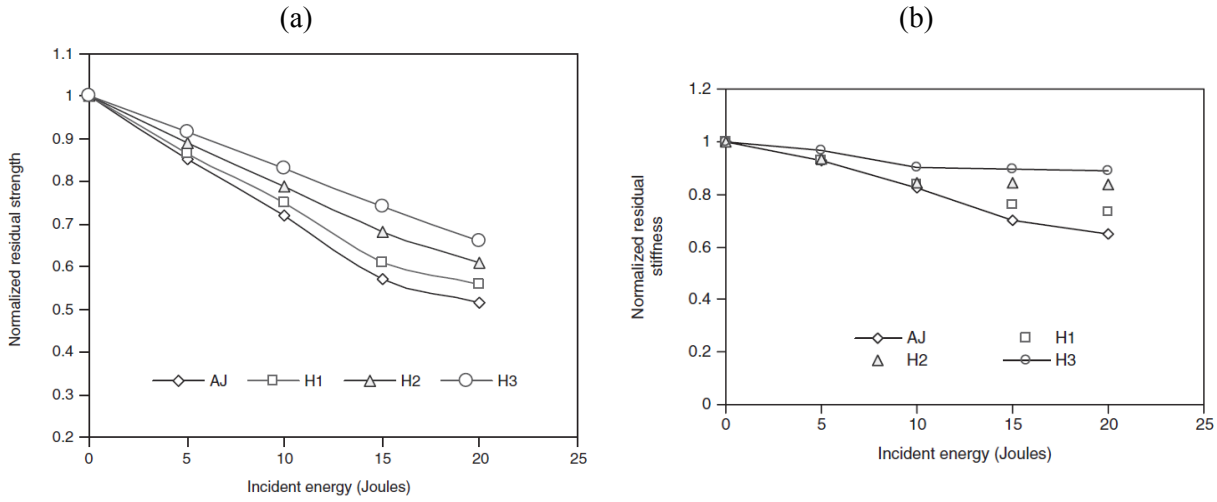


Figure 1.35 - Exemples de courbes de la contrainte résiduelle (a) et du module d'Young résiduel (b) en fonction de l'énergie d'impact pour un composite à renfort hybride (tissu de jute et mat de verre) et à résine polyester [Sabeel Ahmed et al., 2007].

Les courbes du module d'Young résiduel en fonction de l'énergie d'impact montrent l'influence de l'impact sur ce paramètre (Figure 1.35b et Figure 1.36). Généralement, l'influence de l'impact est moins importante sur le module d'Young que sur la contrainte à rupture [Sabeel Ahmed et al., 2007] comme on peut le voir en comparant les courbes de la figure 1.35. Yuanjian et Isaac ont montré que l'influence de l'impact sur le module d'Young, pour les plus faibles niveaux d'énergie, est plus prononcée pour les composites avec l'orientation des fibres à ±45° (Figure 1.36). Ils ont expliqué que cela est dû au fait que l'impact à faible énergie ne cause que des endommagements dans la matrice et à

l'interface fibre/matrice et que pour les composites avec les fibres à ±45°, ce sont justement la matrice et les interfaces qui sont les plus sollicitées, alors que pour les composites avec les fibres à 0°/90° ce sont les fibres à 0° qui supportent les efforts de traction [Yuanjian et Isaac, 2008].

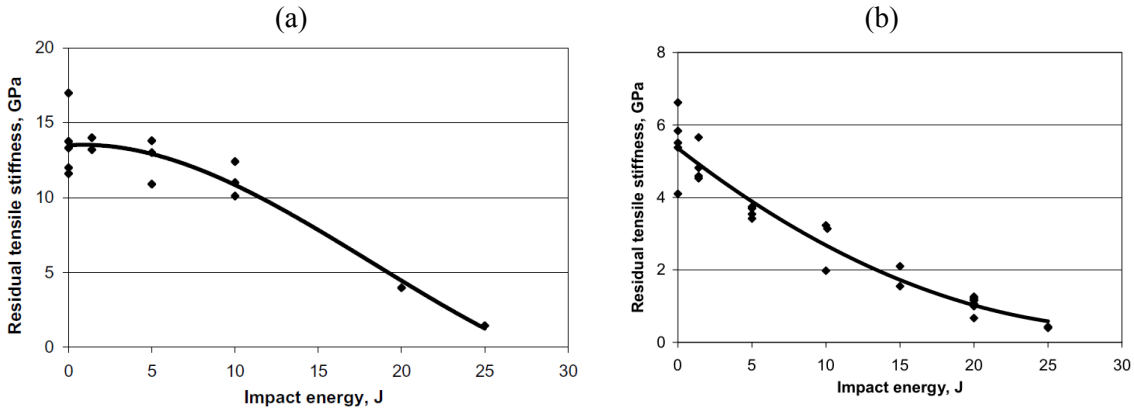


Figure 1.36 - Exemples de courbes de module d'Young résiduel en fonction de l'énergie d'impact pour des composites verre/polyester pour deux types d'orientation de fibres (a) 0°/90° et (b) ±45° [Yuanjian et Isaac, 2008].

Il est très difficile de comparer les contraintes résiduelles en traction après impact de différents composites car, comme on l'a vu, de nombreux paramètres peuvent influencer le comportement à l'impact et donc le comportement résiduel en traction. Dans la littérature, d'un article à l'autre, la masse de l'impacteur ou l'épaisseur de l'échantillon varie, ce qui rend impossible toute comparaison.

On peut toutefois citer les travaux de [Sabeel Ahmed et al., 2007] qui ont comparé des composites tissés à matrice polyester, avec différentes proportions de fibres de jute ou de verre. Ils ont montré que la contrainte résiduelle en traction était meilleure avec davantage de fibres de verre dans le composite hybride. De la même façon, [Shahzad, 2011] a montré que remplacer 14% des fibres de chanvre par des fibres de verre dans un composite hybride à renfort mat et matrice polyester améliore son comportement.

III.4.2 Fatigue résiduelle

L'effet de l'impact à basse vitesse sur le comportement en fatigue de matériaux composites est généralement étudié à partir de la comparaison des courbes S-N de fatigue d'éprouvettes impactées et non impactées, comme montré sur la figure 1.37 pour des composites chanvre(mat)/polyester (figure 1.37a) [Yuanjian et Isaac, 2007] et des composites verre/polyester (figure 1.37c) [Yuanjian et Isaac, 2008]. Comme attendu, l'impact entraîne une diminution de la durée de vie du composite, cependant il est important de noter que lorsque l'on normalise les courbes S-N par rapport à la contrainte à rupture résiduelle correspondante, on retrouve une courbe unique pour les éprouvettes impactées et non impactées (Figure 1.37 b et d). Ce résultat a également été retrouvé sur des composites carbone/époxy pour le cas de fatigue en compression post-impact [Komus, 2010] (Figure 1.38). Cela montre que,

pour ces matériaux, la courbe S-N après impact peut se déduire de la contrainte à rupture résiduelle du composite endommagé et de la courbe S-N du matériau non endommagé [Beheshty et al., 1999].

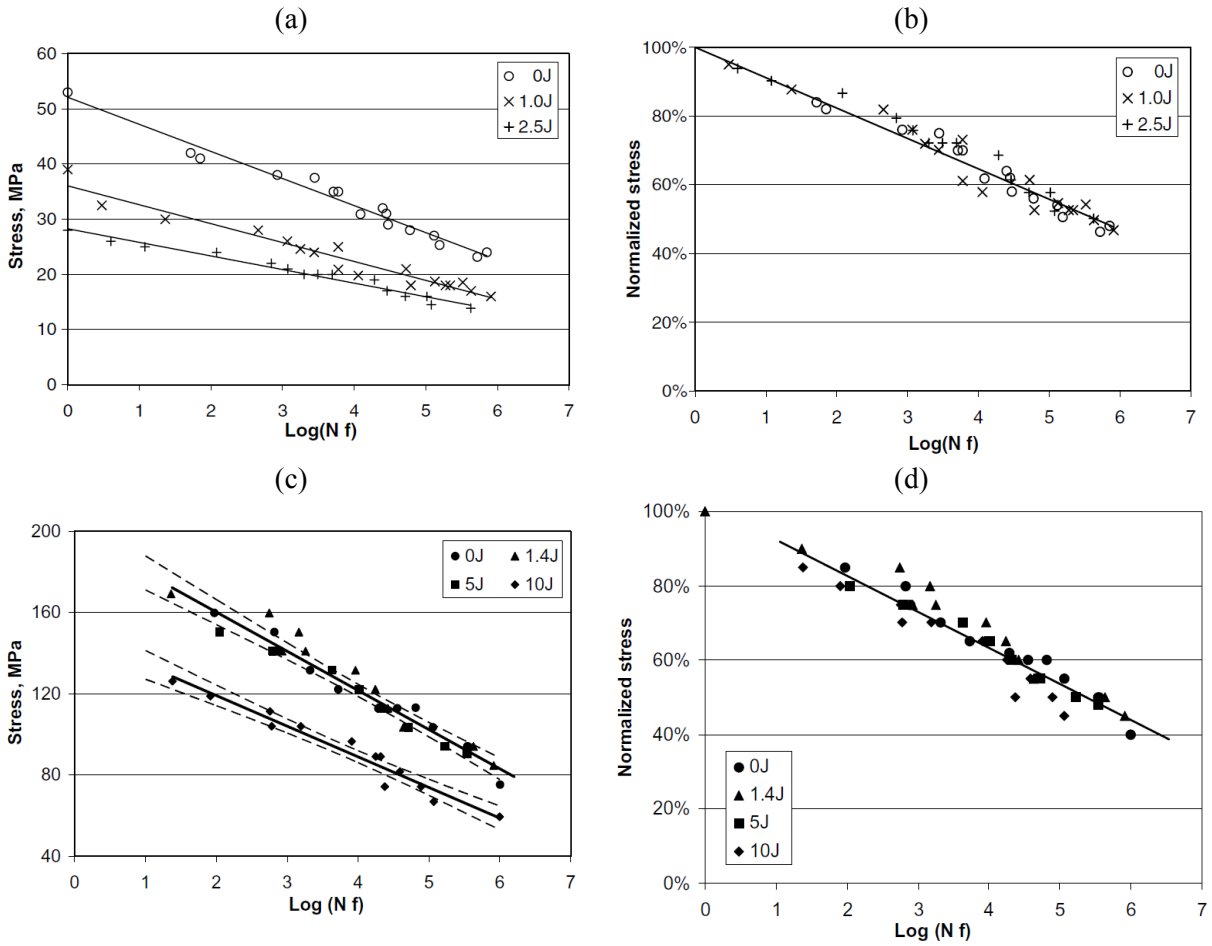


Figure 1.37 - Courbes S-N de fatigue pour des composites impactés et non impactés : (a) et (b) chanvre(mat)/polyester [Yuanjian et Isaac, 2007] ; (c) et (d) 0°/90° verre/polyester [Yuanjian et Isaac, 2008].

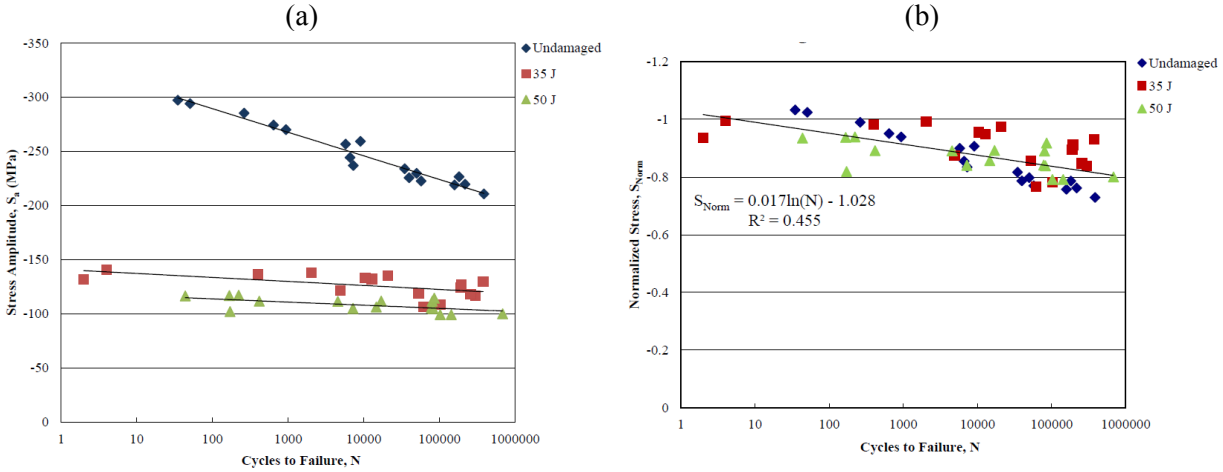


Figure 1.38 - Courbes S-N de fatigue (en compression) pour des composites impactés et non impactés carbone/époxy [Komus, 2010].

Bilan sur l'état de l'art

Diverses études montrent que, pour des applications semi-structurales, les fibres végétales utilisées comme renfort dans les matériaux composites, sont des candidates écologiques pour le remplacement des fibres traditionnelles, telles que les fibres de verre.

La connaissance, pour ces matériaux composites, du comportement en fatigue et de la tenue à l'impact est indispensable pour pouvoir développer leur utilisation dans des pièces industrielles. Cependant, l'étude bibliographique montre qu'il y a encore très peu de travaux dans ce domaine pour les composites à fibres végétales, et en particulier pour les composites à renforts continus.

Dans ce travail de thèse, on se propose donc de caractériser le comportement mécanique de composites à tissu de chanvre et matrice époxy en fatigue avant et après impact à basse vitesse. Pour cela, on s'appuiera, entre autres, sur les principales techniques d'analyse qui sont citées dans la bibliographie pour ce type d'études sur d'autres composites, comme par exemple l'émission acoustique, la microscopie et la thermographie infrarouge.

PARTIE 2 Matériaux étudiés et techniques utilisées

Le but de cette partie est d'introduire les matériaux étudiés et les procédés de fabrication utilisés, puis de présenter les principaux moyens expérimentaux employés, ainsi que les méthodes d'analyse spécifiquement développées.

CHAPITRE I LES MATERIAUX ETUDIES ..... - 53 -
I.1 Renfort de chanvre ..... *- 53 -*
I.2 Résine Epoxy ..... *- 54 -*
I.3 Procédés de fabrication ..... *- 56 -*
I.3.1 Resin Transfer Moulding (RTM) ..... - 56 -
I.3.2 Infusion ..... - 57 -
I.3.3 Récapitulatif des propriétés physiques des plaques composites ..... - 58 -
CHAPITRE II TECHNIQUES DE CARACTERISATION MICROSTRUCTURALE ..... - 60 -
II.1 Microscopie optique ..... *- 60 -*
II.2 Microscopie électronique à balayage ..... *- 60 -*
II.3 Microtomographie 3D par rayons X ..... *- 61 -*
II.3.1 Identification des constituants dans le composite ..... - 62 -
II.3.2 Analyse quantitative des défauts dans le composite ..... - 64 -
CHAPITRE III DISPOSITIFS DES ESSAIS MECANIQUES ..... - 68 -
III.1 Essais réalisés à l'Institut Pprime ..... *- 68 -*
III.1.1 Machines d'essais mécaniques ..... - 68 -
III.1.2 Multi-instrumentation des essais mécaniques ..... - 69 -
III.1.3 Mesure de la déformation de l'éprouvette pendant les essais de fatigue ..... - 70 -
III.1.4 Suivi de l'échauffement par caméra infrarouge ..... - 72 -
III.2 Essais réalisés à l'université La Sapienza ..... *- 74 -*
CHAPITRE IV TECHNIQUE DE CORRELATION D'IMAGES NUMERIQUES ..... - 77 -
IV.1 Mise en place expérimentale ..... *- 77 -*
IV.1.1 Préparation des éprouvettes ..... - 77 -
IV.1.2 Prise d'images ..... - 77 -
IV.2 Principe de la technique utilisée ..... *- 78 -*
IV.3 Sensibilité de la méthode ..... *- 80 -*
CHAPITRE V TECHNIQUE D'EMISSION ACOUSTIQUE ..... - 81 -
V.1 Systèmes utilisés ..... *- 82 -*
V.2 Choix de l'amplitude comme paramètre d'identification du type d'endommagement ..... *- 84 -*
V.3 Correction de l'atténuation de l'amplitude ..... *- 86 -*
BILAN SUR LES MATERIAUX ETUDIES ET LES TECHNIQUES UTILISEES ..... - 90 -

Chapitre I Les matériaux étudiés

Les matériaux étudiés dans ce travail de thèse sont des composites à tissu de chanvre, imprégné de matrice époxy. Dans la suite, on présente les caractéristiques physiques du renfort et de la résine et on explique les procédés utilisés pour la fabrication de ces composites.

I.1 Renfort de chanvre

Le renfort de chanvre est un tissu de type Taffetas 3/3, où le passage d'un faisceau de trois fils de trame alterne avec celui d'un faisceau de trois fils de chaîne (Figure 2.1). Le tissu a été produit par l'entreprise Lin et L'Autre, France ; il est non traité, présente un grammage de 267±1 g/m² et a un nombre de fils de 2362x1575 (chaîne et trame par mètre). Ce tissu est étuvé 24h à 40°C avant d'être utilisé pour la fabrication des composites. Les fils de chanvre sont composés de fibres de chanvre, d'un diamètre moyen de 13±5 µm [Bonnafous, 2010]. Ces fils (Figure 2.2) sont produits avec un niveau de torsion de 324 tpm (où l'angle de torsion de la surface du fil est de 11°) et une densité linéaire de 83 tex. La section transversale des fils de chanvre est irrégulière, mais on peut estimer que les fils de chanvre ont un diamètre apparent de 300±60 µm, déterminé par rapport à la distribution de Weibull [Bonnafous, 2010].

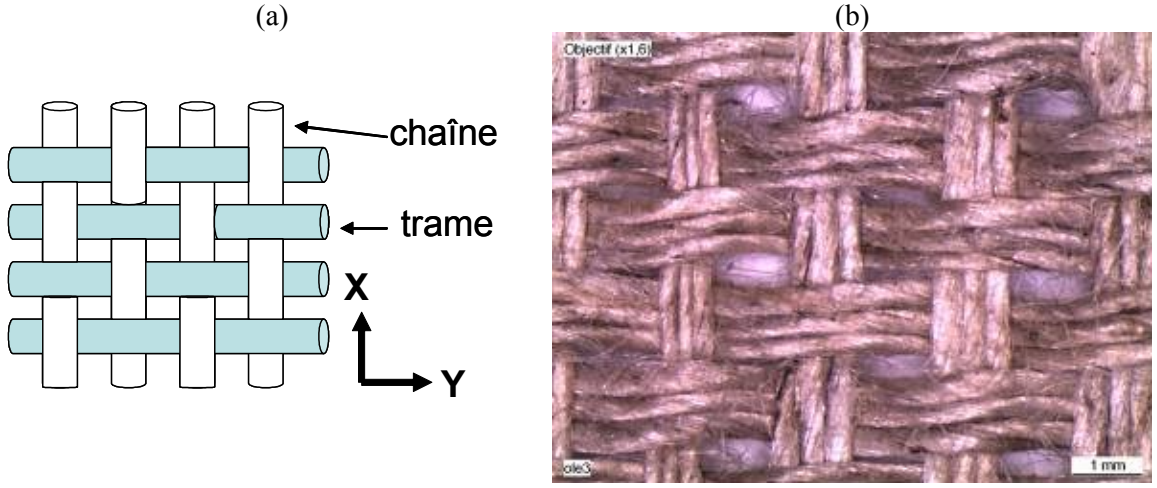


Figure 2.1 - (a) Architecture du tissu type taffetas. (b) Photo du tissu taffetas 3/3 de chanvre.

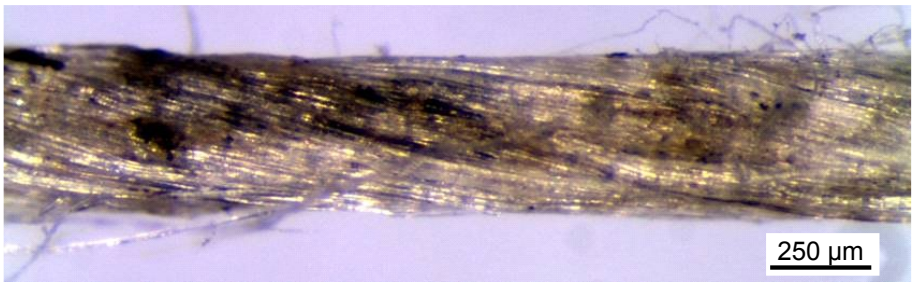


Figure 2.2 - Photo d'un fil de chanvre.

Il a été aussi déterminé que ces fils ont une porosité de 50±8% [Bonnafous, 2010], due principalement aux espaces vides entre les fibres torsadées. La porosité a été évaluée sur cinq fils en se basant sur des images de tranches de composites effectuées au microscope optique après polissage fin. Puis, le taux surfacique de fibres a été estimé sur trois surfaces de tailles différentes définies dans les fils : 72600 pixels², 124300 pixels² et 247000 pixels² (Figure 2.3) jusqu'à obtenir un taux surfacique de fibres représentatif. Ces zones de porosité sont ensuite remplies de résine lors de la mise en oeuvre des composites.

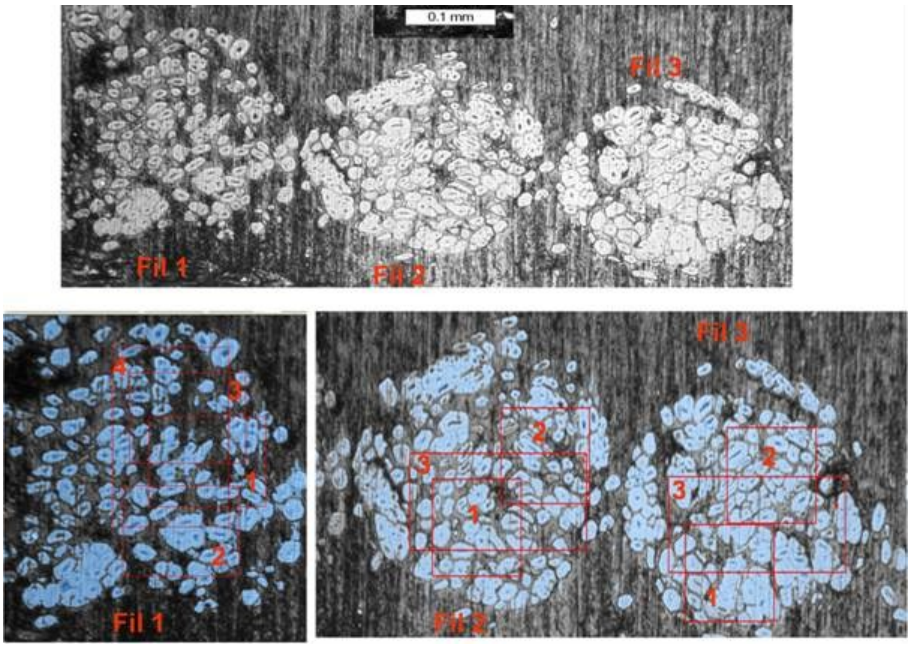


Figure 2.3 - Analyse d'images pour la détermination du taux de porosité des fils [Bonnafous, 2010].

I.2 Résine Epoxy

La matrice époxy est une résine EPOLAM 2020 de chez AXSON, qui est destinée à la réalisation de structures composites par imprégnation au contact, injection sous vide et injection basse pression.

Selon le fabricant, cette résine a les propriétés physiques et mécaniques spécifiées dans le Tableau 2.1.

Propriété	Norme	
Densité à 25°C	ISO 1675 : 1985	1,10
Module de flexion	ISO 178 : 2001	3100 MPa
Contrainte de flexion maximale	ISO 178 : 2001	120 MPa
Résistance en traction	ISO 527 : 1993	80 MPa
Température de transition vitreuse (Tg)	ISO 11359 : 2002	82 °C
* Valeurs moyennes obtenues sur éprouvettes normalisées / Durcissement 24 heures à température ambiante + 16 heures à 60°C et à taux de l'enzyme accélératrice de la réaction compris entre 0% et 7% par rapport à la résine.		

Tableau 2.1 - Propriétés de la résine époxy EPOLAM 2020, selon le fabricant.

Le cycle de polymérisation recommandé par le fabricant consiste à effectuer une réticulation de 24h à 20°C, puis de 3h à 40°C, 2h à 60°C, 2h à 80°C et enfin 2h à 100°C. Ce cycle conduit à une réticulation incomplète de la résine mais l'augmentation de la durée du dernier palier de cuisson à 100°C, de 2h à 4h, permet d'obtenir une meilleure réticulation de la résine [Bonnafous, 2010]. Ainsi ce cycle de polymérisation avec le dernier palier de cuisson de 4h à 100°C a été utilisé et la température de transition vitreuse (Tg) de la résine est de 89±2 °C (déterminée par analyse calorimétrique différentielle, DSC, à 10°C/min) (Figure 2.4).

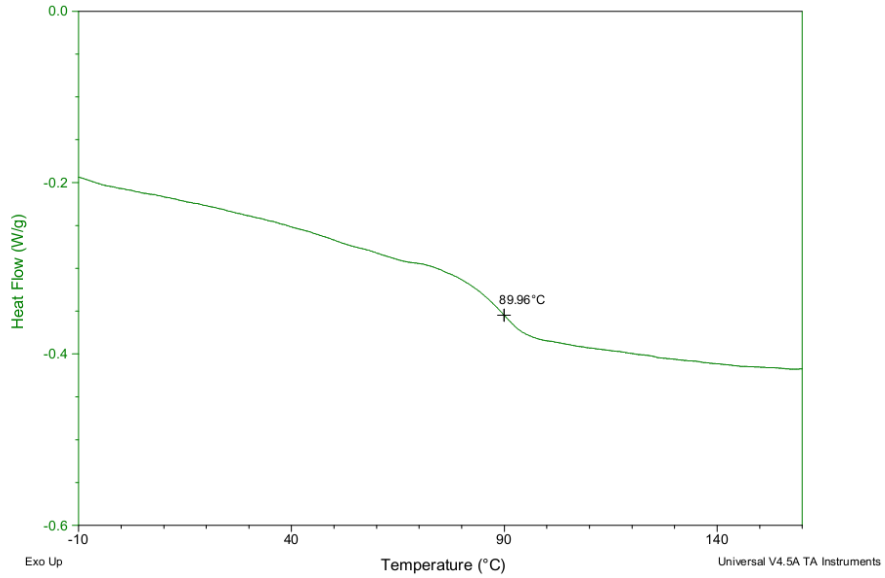


Figure 2.4 - Thermogramme de DSC au chauffage de la résine époxy EPOLAM 2020.

La densité de la résine a été mesurée avec une balance SARTORIUS haute précision (10^{-5} g), en utilisant l'équation 2.1, basée sur la poussée d'Archimède :

$$D = D_{air} + \frac{M_a \times D_{eau}}{A \times (M_a - M_e)} \qquad \text{Équation 2.1}$$

avec :

D : densité de l'échantillon ;

M_a : masse du solide dans l'air ;

M_e: masse du solide dans l'eau ;

D_{air} : densité de l'air ;

D_{eau} : densité de l'eau ;

A : terme correctif prenant en compte la poussée d'Archimède exercée sur le montage.

La masse volumique mesurée pour la résine époxy EPOLAM 2020 est de 1,16±0,01 g/cm^3 à 18,7°C.

I.3 Procédés de fabrication

Les plaques de composites étudiées sont constituées de 7 couches de tissu de chanvre.

Le taux volumique de renfort (v_f) dans les composites a été évalué grâce à l'équation 2.2 :

$$v_f = 1 - \frac{1}{\rho_m}\left(\rho_C - \frac{n_p G}{e_C}\right) \qquad \text{Équation 2.2}$$

avec :

ρ_C : la masse volumique du composite ;

ρ_M : la masse volumique de la matrice ;

n_p : le nombre de plis de l'empilement ;

G : le grammage du tissu présent dans le composite ;

e_c : l'épaisseur du composite.

Les masses volumiques ρ_C et ρ_M ont été mesurées à l'aide de la balance de précision par le principe de la poussée d'Archimède. Le grammage du tissu a été déterminé en pesant le tissu sec. L'épaisseur du composite a été mesurée avec un pied à coulisse.

Les plaques de composites ont été fabriquées chez VALAGRO. Deux méthodes de fabrication ont été utilisées.

I.3.1 Resin Transfer Moulding (RTM)

Cette méthode consiste à placer les 7 couches de tissu de 150 mm x 150 mm dans un moule plat, en acier, complètement fermé, qui est traité avec un spray de silicone pour faciliter l'extraction du composite après durcissement. Le moule fermé présente un trou au centre d'une face, et une vanne adaptée à ce trou, permettant sa fermeture complète (Figure 2.5). Ensuite, on utilise une pompe pour

faire le vide dans le moule (environ 30 mbar absolu), puis un mélange de résine et de durcisseur est injecté avec une pression d'environ 7 bars.

Le durcissement a lieu pendant 24h à température ambiante et le traitement optimisé de post-cuisson est réalisé : 3h à 40°C, 2h à 60°C, 2h à 80°C, puis 4h à 100°C.

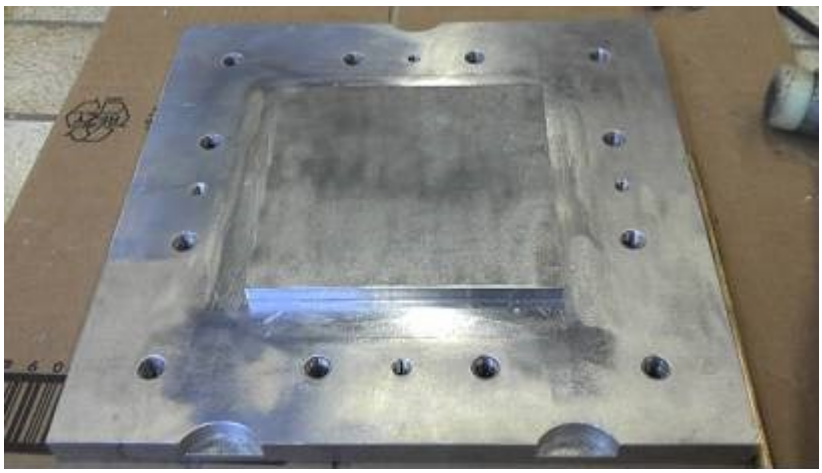


Figure 2.5 - Moule pour le procédé de fabrication RTM.

Les plaques présentent de très bonnes qualités d'état de surface, de porosité et d'uniformité (Figure 2.6). Cette méthode permet de fabriquer des plaques de composites avec 7 couches de tissu de chanvre, de 3,1±1 mm d'épaisseur, de masse volumique 1,3±1 g/cm^3 et avec un taux volumique de fibres de 38±4%.

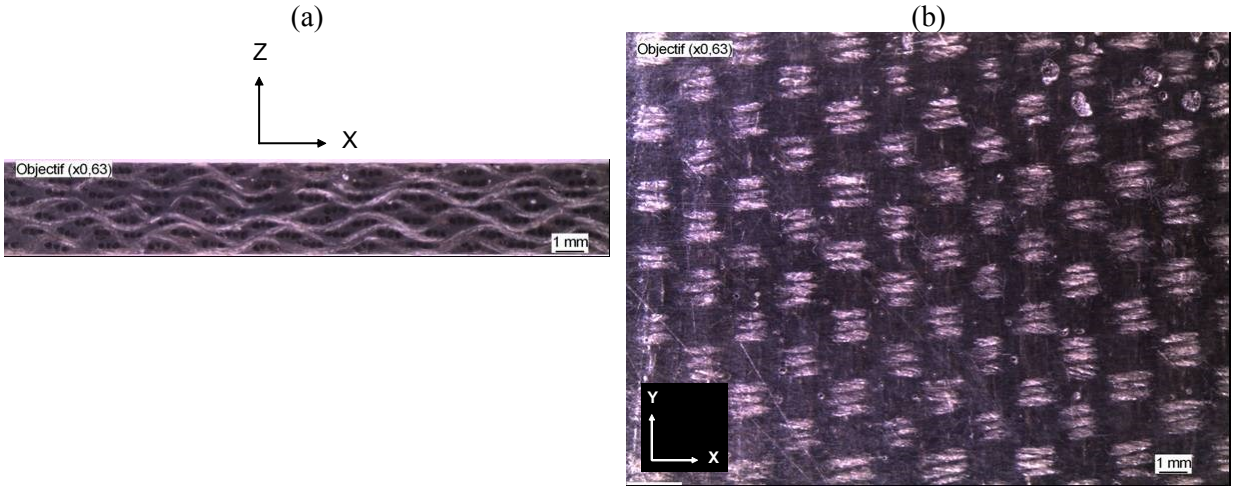


Figure 2.6 - Exemple de plaque de composite fabriquée par RTM : vue d'une section transversale après polissage (a) et vue d'une face (b).

I.3.2 Infusion

Pour ce procédé, les 7 plis de tissu sont placés sur une table vitrée, sur une couche de cire CIREX Si 111 pour faciliter l'extraction du composite après durcissement. Ensuite, des couches de tissus

spéciaux (tissu d'arrachage, tissu perforé transparent, treillis), qui facilitent l'infusion de la résine, sont ajoutées et un système de vide sous sac est mis en place. Le mélange de résine et de durcisseur est absorbé par le vide créé, d'environ 30 mbar absolu, et lorsque la résine a imprégné tout le tissu, on ferme l'entrée de résine et on maintient une basse pression pendant le durcissement de la résine pour enlever des bulles d'air. Et finalement, comme dans le procédé RTM, après le durcissement de 24h à température ambiante, le traitement de post-cuisson est réalisé: 3h à 40°C, 2h à 60°C, 2h à 80°C, puis 4h à 100°C.

Cette méthode permet de fabriquer des plaques de dimensions variables, supérieures à celles obtenues par RTM, limitées seulement par les dimensions de la table vitrée.

L'épaisseur des plaques résulte de la pression exercée sur la bâche par la mise sous vide, et elle est d'environ 4,5 mm. Les plaques présentent une bonne qualité de l'état de surface de la face en contact avec la table vitrée, mais la face du côté de la bâche présente des hétérogénéités.

Le contrôle de la porosité des plaques est plus compliqué avec cette méthode qu'avec le RTM. Pour diminuer la porosité il faut bien isoler l'entrée de la résine, et aussi isoler la fermeture de la bâche. Cette méthode permet de fabriquer des plaques de composites avec 7 couches de tissu de chanvre, de 4,5±2 mm d'épaisseur, ayant une masse volumique de 1,2±1 g/cm^3 et un taux volumique de fibres de 31±4%.

(a) (b)

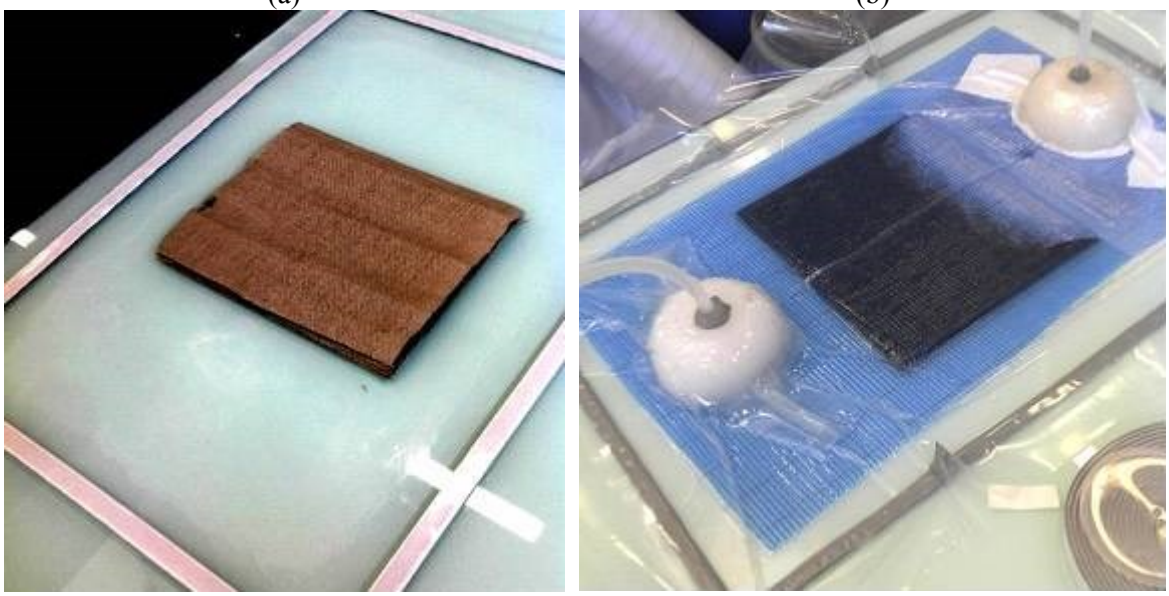


Figure 2.7 - Fabrication de composites par la méthode d'infusion.

I.3.3 Récapitulatif des propriétés physiques des plaques composites

Le tableau 2.2 récapitule les propriétés physiques des deux types de plaques de composites fabriqués.

Type de plaque	RTM	Infusion
Epaisseur	3,1±0,1 mm	4,5±0,2 mm
Masse volumique	1,3±0,1 g/cm^3	1,2±0,1 g/cm^3
Taux volumique de fibres	38±4%	31±4%

Tableau 2.2 - Propriétés physiques des plaques de composite chanvre/époxy utilisées.

La présence d'eau dans les échantillons de composite chanvre/époxy rendant impossible l'identification de la transition vitreuse en DSC conventionnelle, des essais de DSC modulée ont été réalisés (avec une vitesse moyenne de chauffage de 3°C/min, une amplitude et une période de modulation de respectivement 0,64°C et 40s). La transition vitreuse est identifiable sur la courbe du flux de chaleur réversible (Figure 2.8). La température de transition vitreuse (Tg) moyenne des plaques de composite chanvre/époxy est de 102±3°C.

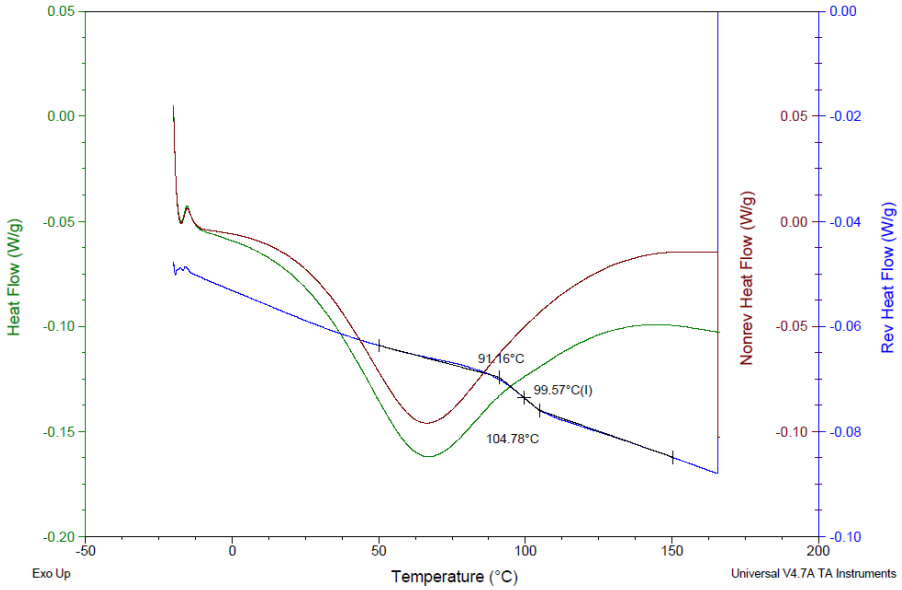


Figure 2.8 - Thermogrammes de DSC modulée – flux de chaleur total, réversible et non réversible – au chauffage d'un échantillon de composite chanvre/époxy.

Chapitre II Techniques de caractérisation microstructurale

II.1 Microscopie optique

Les microscopes optiques utilisés sont une binoculaire Leica Microsystems (grossissement jusqu'à six fois) et un microscope optique de Reichert-Jung (grossissement jusqu'à 1000 fois). Ces deux dispositifs sont équipés du logiciel de prise d'images IM 50.

Les échantillons de composites chanvre/époxy ont été polis avant observation. La technique de polissage (vitesse de rotation et durée selon granulométrie) a été adaptée et optimisée pour nos matériaux.

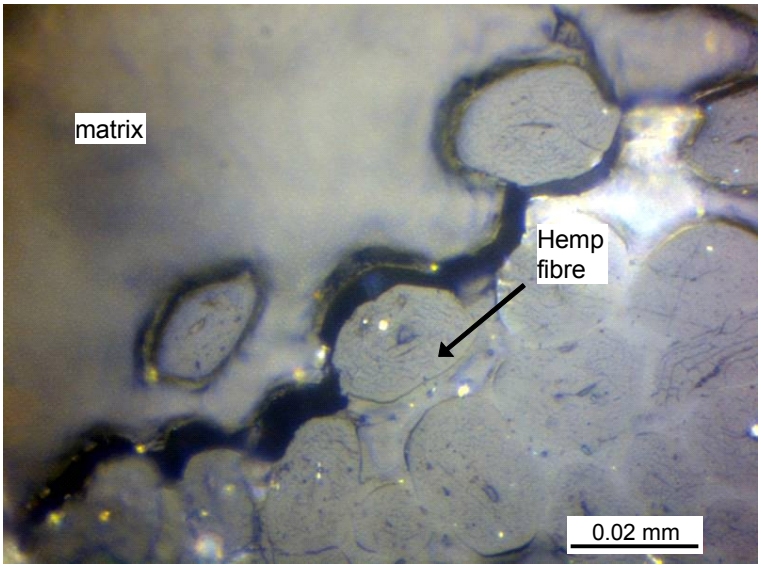


Figure 2.9 - Exemple d'image obtenue par microscopie optique : fissure à l'interface fil/résine d'un échantillon de composite chanvre/époxy.

II.2 Microscopie électronique à balayage

Le microscope électronique à balayage (MEB) JEOL 6400 est utilisé pour des observations à des grandissements importants sur des faciès de rupture. Ces observations ont été faites avec une tension d'accélération de 8kV et une distance de travail entre 33 mm et 48 mm, selon la zone étudiée.

Pour ces observations, les échantillons ont été métallisés avec un métalliseur Cressington 108 Auto, qui réalise le dépôt d'un film d'or-palladium, pendant 30s et avec un courant de 40mA.

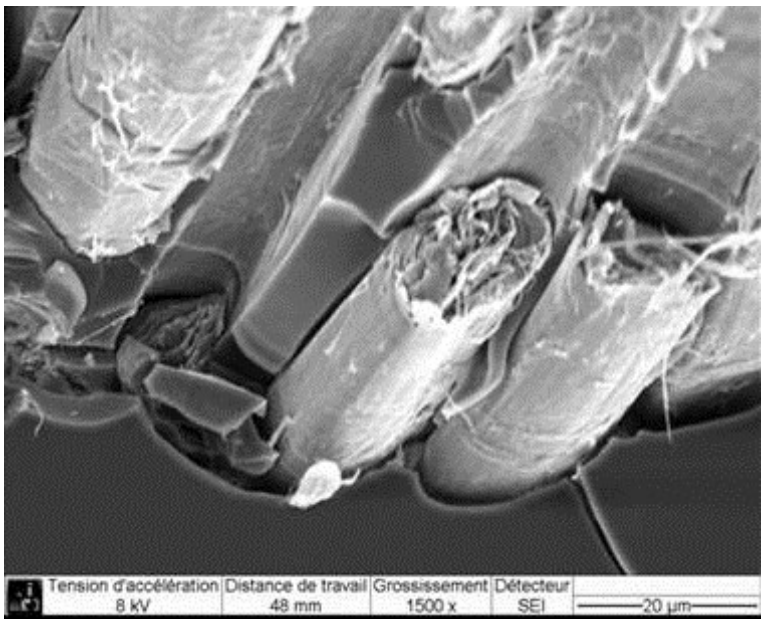


Figure 2.10 - Exemple d'image obtenue par microscopie électronique à balayage : décohésion à l'interface fil/résine sur un échantillon de composite chanvre/époxy.

II.3 Microtomographie 3D par rayons X

La microtomographie RX permet de créer une représentation tridimensionnelle d'un objet et de visualiser sa structure interne. Des rayons X traversent l'échantillon, positionné sur une platine motorisée, qui subit une rotation avec un pas angulaire prédéfini par l'utilisateur. Le rayonnement transmis après la traversée du matériau est enregistré, à intervalle angulaire régulier, sous la forme de radiographies. Ces données permettent une reconstruction mathématique d'une section et/ou d'un volume numérique de l'échantillon.

Dans cette étude, des échantillons de composite chanvre/époxy vierges et testés en fatigue ont été analysés par microtomographie aux rayons X à l'Institut Jean Lamour à l'École des Mines de Nancy. Ces observations microtomographiques ont été réalisées dans une zone de 20 mm x 20 mm x 3 mm, proche de la zone de rupture pour les éprouvettes testées en fatigue. Cela a permis une résolution d'observation de 14,8 µm/pixel, qui a été suffisante pour l'analyse des endommagements au sein du composite.

De plus, un échantillon de dimensions 10 mm x 2,5 mm x 3 mm, proche de la zone de rupture d'une éprouvette testée en fatigue, a été observé à l'European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) de Grenoble. Cette microtomographie a été réalisée avec une résolution de 0,7 µm/pixel, ce qui a permis une observation fine des endommagements.

II.3.1 Identification des constituants dans le composite

Une fois obtenues, les radiographies réalisées à l'Institut Jean Lamour sont traitées à l'Institut Pprime avec le logiciel Avizo® Fire v.7.0 (Visualization Sciences Group). Le volume final des images est reconstruit à partir des coupes générées par le tomographe, en formant une image unique 3D qui peut être visualisée de différentes façons, comme montré par exemple dans la figure 2.11.

L'image 3D reconstituée est formée par des pixels monochromatiques 3D (voxels), où les niveaux de gris représentent les variations locales d'absorption du rayonnement X au sein de l'échantillon. Ces variations sont généralement relatives aux différences de masse volumique de chaque matériau. Ainsi, les voxels complètement noirs représentent l'absorption nulle du rayonnement X, relative aux zones d'absence de matériau (porosité et fissures).

Dans des images comme celles de la figure 2.11, on peut facilement distinguer les fils de fibres de chanvre (niveaux de gris plus clairs) et la matrice époxy (niveaux de gris plus foncés).

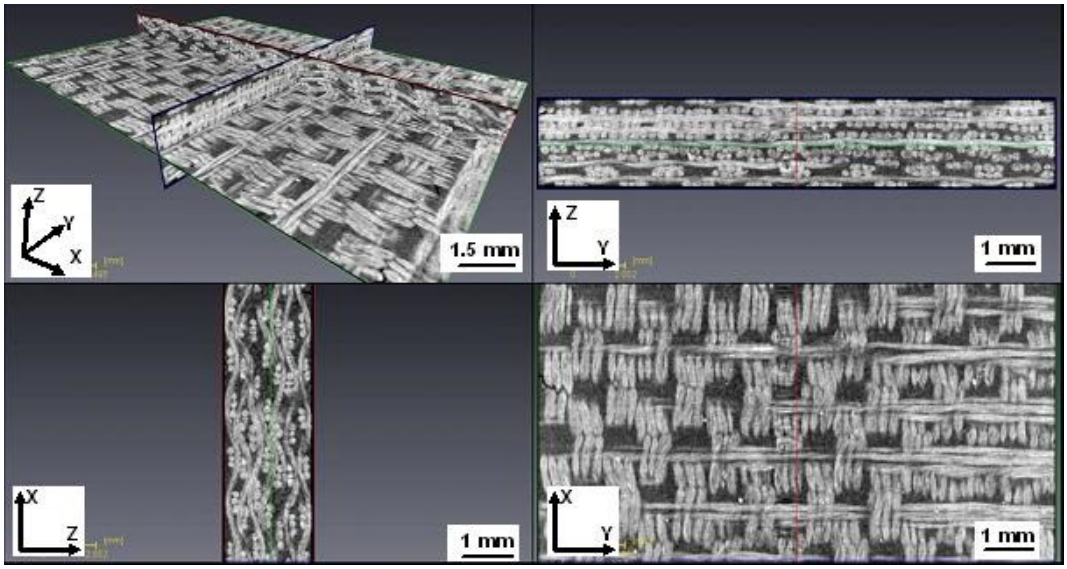


Figure 2.11 - Exemple d'image 3D reconstituée à partir d'observations par microtomographie d'un composite chanvre/époxy $[0°/90°]_7$ avec une résolution de 14,8 µm/pixel.

L'histogramme des voxels par niveau de gris des images 3D de microtomographie du composite chanvre/époxy est caractérisé par deux pics distincts (Figure 2.12). Ces deux pics sont relatifs aux deux principaux constituants du composite (résine époxy et fils de chanvre), ce qui est confirmé visuellement lorsqu'on identifie les voxels de chaque type, comme par exemple dans la figure 2.13. Dans la figure 2.13a, on identifie en rouge les voxels qui appartiennent au premier pic (gris plus foncé) et cela confirme que ces voxels sont relatifs à la résine. Dans la figure 2.13b, on identifie en rouge les voxels du deuxième pic (gris plus clair), qui sont relatifs aux fils de chanvre.

Pour différencier les deux constituants, nous choisissons le point d'inflexion automatique, car visuellement le niveau de gris choisi par le logiciel représente bien la résine et les fils, et la variation

du choix du point d'inflexion donne une variation négligeable sur les taux de fibre ou de résine calculés.

Cela, entre autre, permet de reconstituer l'architecture 3D du renfort en enlevant les voxels relatifs à la matrice (Figure 2.14).

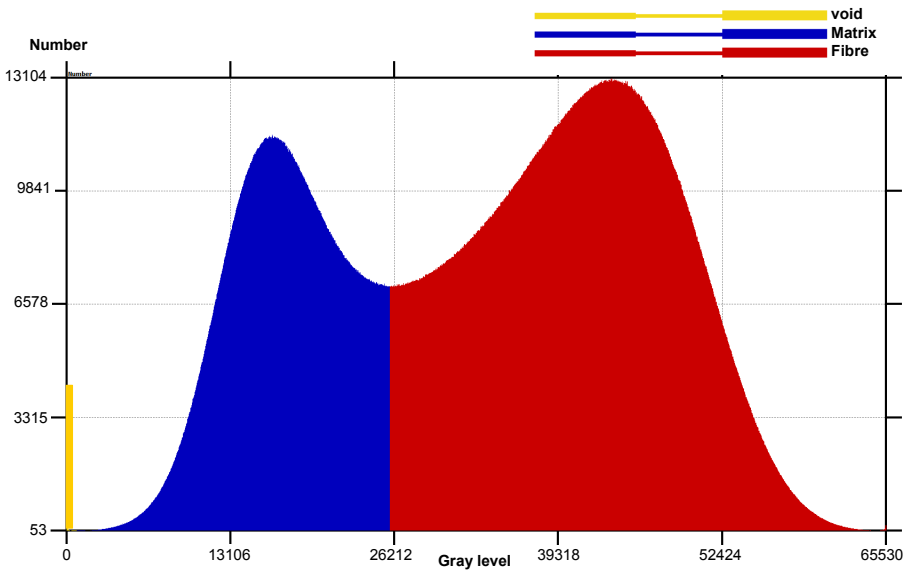


Figure 2.12 - Histogramme des niveaux de gris d'une image 3D d'un échantillon de composite chanvre/époxy.

(a) (b)

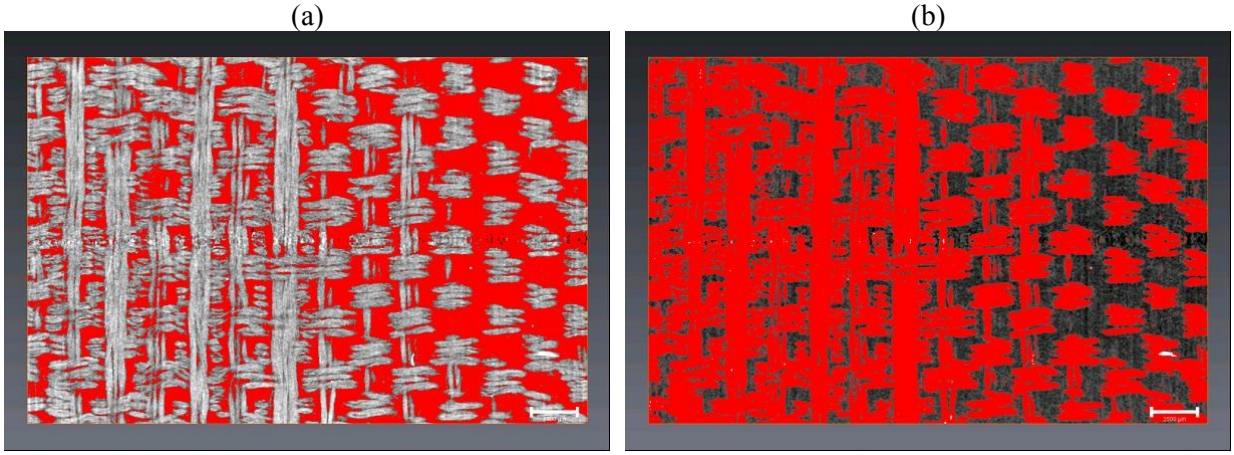


Figure 2.13 - Séparation des constituants à partir de l'identification des niveaux de gris.

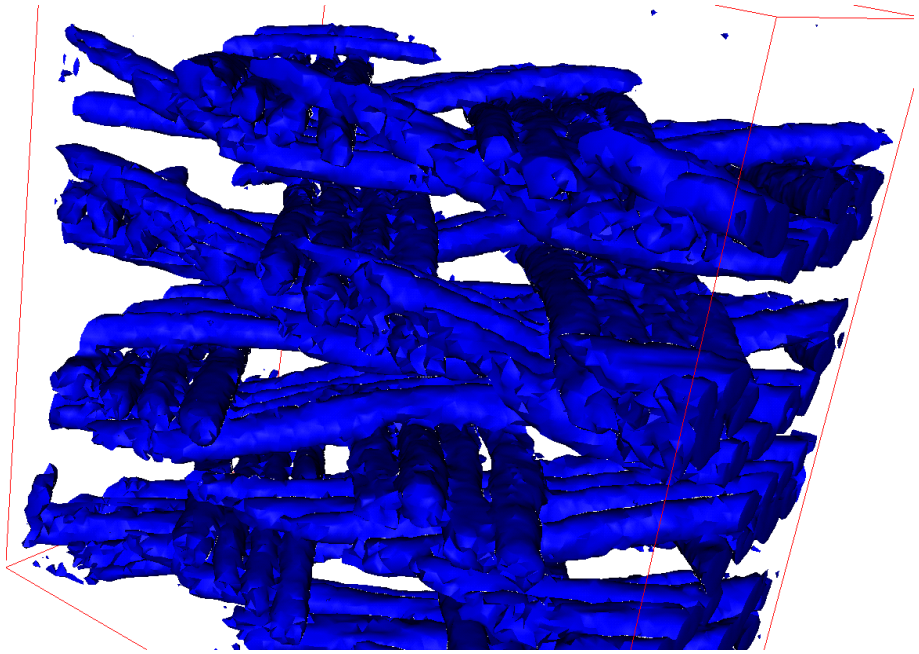


Figure 2.14 - Reconstitution 3D de l'architecture du renfort [±45] dans le composite chanvre/époxy à partir d'images de microtomographie.

Le logiciel Avizo® Fire v.7.0 peut quantifier les voxels identifiés pour chaque constituant, ce qui nous permet de calculer les taux volumiques des constituants dans l'image 3D. Pour l'échantillon de la figure 2.13 (composite vierge réalisé par RTM), les taux volumiques ainsi déterminés sont de 66,2% pour les fils et 33,7% pour la matrice.

Cependant, il faut corriger ces résultats pour prendre en compte le fait que les fils de chanvre sont imprégnés par la résine époxy et que cela n'est pas identifiable avec cette résolution de 14,8 µm/pixel. En considérant le taux de résine dans le fil de 50±8%, comme expliqué dans la section I.1, on peut corriger les taux des constituants. Ainsi, on présente dans le tableau 2.3 les résultats des taux volumiques de fibres pour les deux types de plaques (fabriquées par RTM ou par infusion), et on en conclut que le taux volumique des fibres déterminé par cette méthode est proche de celui déterminé par pesées (Tableau 2.2).

Type d'échantillon	RTM (3 échantillons)	Infusion (1 échantillon)
Taux volumique des fibres (v_f)	36±6%	27±4%

Tableau 2.3 – Taux volumique de fibres pour des échantillons de composite chanvre/époxy déterminé par microtomographie.

II.3.2 Analyse quantitative des défauts dans le composite

Les défauts dans le matériau sont représentés, dans les observations microtomographiques, par des groupes de pixels/voxels complètement noirs (niveau de gris égal à 0). Les défauts peuvent être de la porosité pour les échantillons vierges et aussi des fissures pour les échantillons endommagés.

La quantification de ces défauts par microtomographie peut présenter une incertitude importante à cause de l'existence de groupes de peu de voxels noirs qui constituent en fait le bruit d'observation microtomographique [Patterson et al., 2012]. Patterson et al. (2012) ont montré que cette erreur est réduite à des niveaux acceptables si on ne considère que les défauts formés par plus de 1000 voxels, ce qui représente, dans notre cas, un volume supérieur à environ 10^{-3} mm^3, pour des échantillons d'environ 1200 mm^3.

Porosité

Nous avons quantifié la porosité de trois échantillons vierges issus de plaques fabriquées par RTM et un échantillon d'une plaque fabriquée par infusion (Figure 2.15). Le taux volumique de porosité pour chaque type de plaque est présenté dans le tableau 2.4. Les plaques fabriquées par RTM ont un taux volumique de porosité de 2,0±1,9% et la plaque fabriquée par infusion a un taux de 6,0±0,5%. Cela montre la qualité supérieure des plaques fabriquées par RTM, qui est due au fait que la résine est injectée sous pression. Les niveaux de porosité résultant de ces deux procédés restent acceptables pour cette étude car, par exemple dans l'industrie aéronautique, des taux de porosité jusqu'à 5% sont acceptables dans certaines conditions [Kastner et al., 2010 ; Garnier et al., 2013].

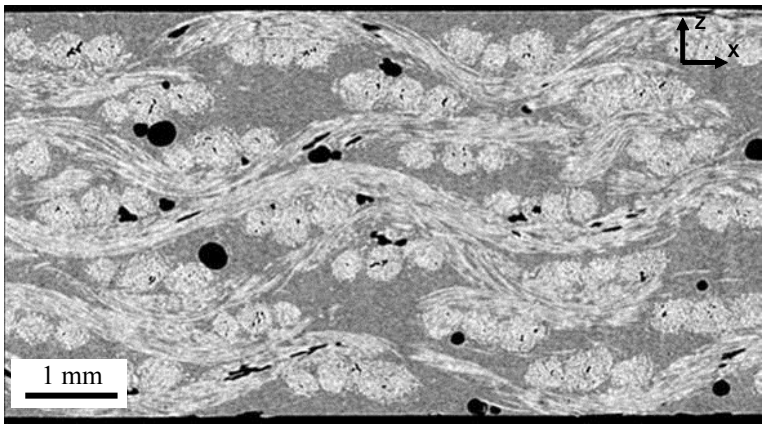


Figure 2.15 - Porosité observée par microtomographie sur un échantillon de composite chanvre/époxy fabriqué par infusion.

Type d'échantillon	RTM (3 échantillons)	Infusion (1 échantillon)
Taux volumique de porosité	2,0±1,9%	6,0±0,5%

Tableau 2.4 - Taux volumique de porosité pour des échantillons de composite chanvre/époxy déterminé par microtomographie.

Endommagement

Un des objectifs de ces observations microtomographiques est de pouvoir réaliser une analyse quantitative et spatiale des défauts dans des échantillons d'éprouvettes de composite chanvre/époxy testées en fatigue.

Pour cela, on a utilisé la fonction « I_analyse » du logiciel de traitement d'images Avizo® Fire v.7.0. Cette fonction identifie chaque zone fermée de voxels noirs (relative aux défauts du matériau). Chaque zone peut ensuite être quantifiée et caractérisée géométriquement. Cette fonction génère un tableau avec des propriétés géométriques de chaque défaut identifié, comme par exemple le tableau 2.5. Ces valeurs sont par défaut présentées en pixels et voxels et peuvent être transformées dans le système métrique en connaissant la résolution d'observation. Dans nos observations, la résolution atteinte est de 14,8 µm/pixel ou 3241,8 μm^3/voxel.

#	Area3d	Volume3d	BaryCenterX	BaryCenterY	BaryCenterZ	Length3d	Width3d
1	1268.077	6739.894	10426.335	2180.958	7.000	29.984	21.202
2	19103.802	168497.359	20159.462	252.022	134.736	149.925	74.963
3	1268.077	6739.894	10471.311	261.917	66.970	29.984	21.202
…	…	…	…	…	…	…	…

Tableau 2.5 - Exemple de sortie des données géométriques des défauts de matériau obtenue par le logiciel Avizo® Fire v.7.0.

Cela nous a permis par exemple de déterminer la distribution des volumes des endommagements dans le matériau (Figure 2.16), la distribution des défauts par paramètre de forme, comme la sphéricité (Figure 2.17), et aussi de réaliser la corrélation entre différents paramètres, comme par exemple le volume et la sphéricité (Figure 2.18).

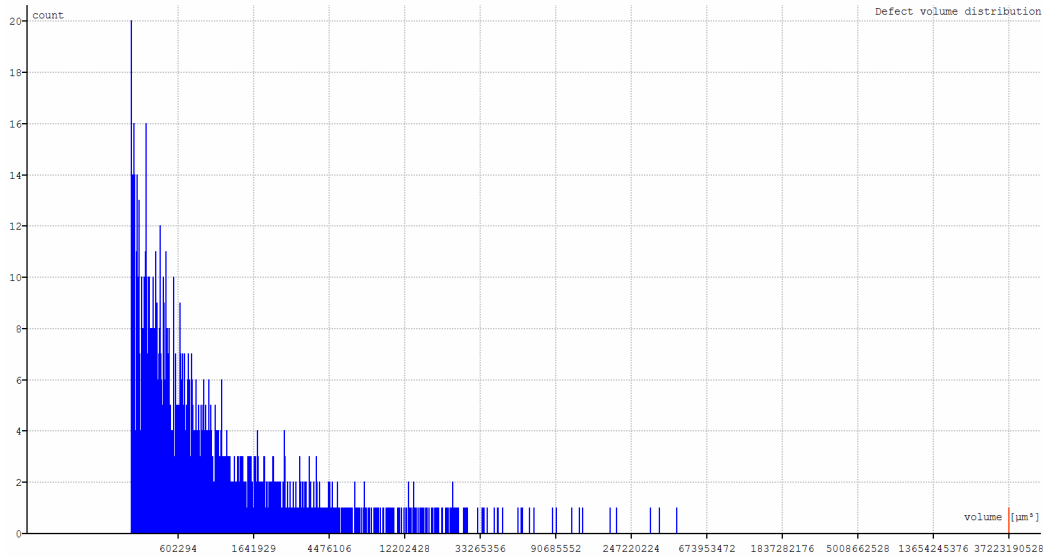


Figure 2.16 - Exemple de distribution des volumes des défauts dans un échantillon de composite chanvre/époxy endommagé.

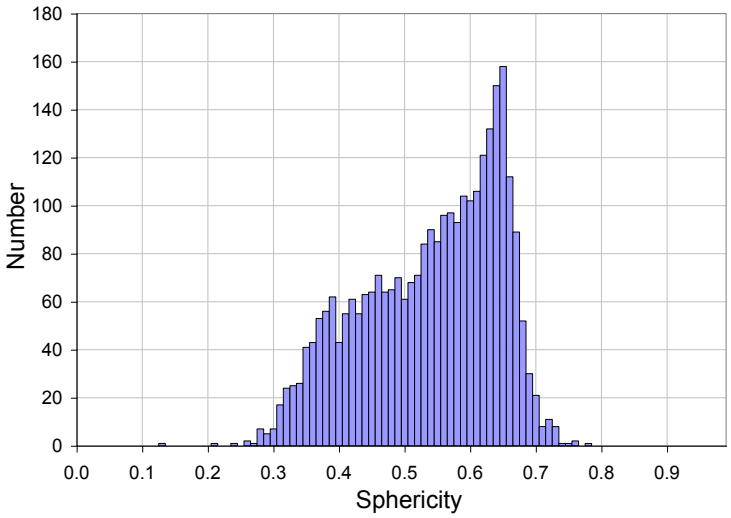


Figure 2.17 - Exemple de distribution de la sphéricité des défauts dans un échantillon de composite chanvre/époxy endommagé.

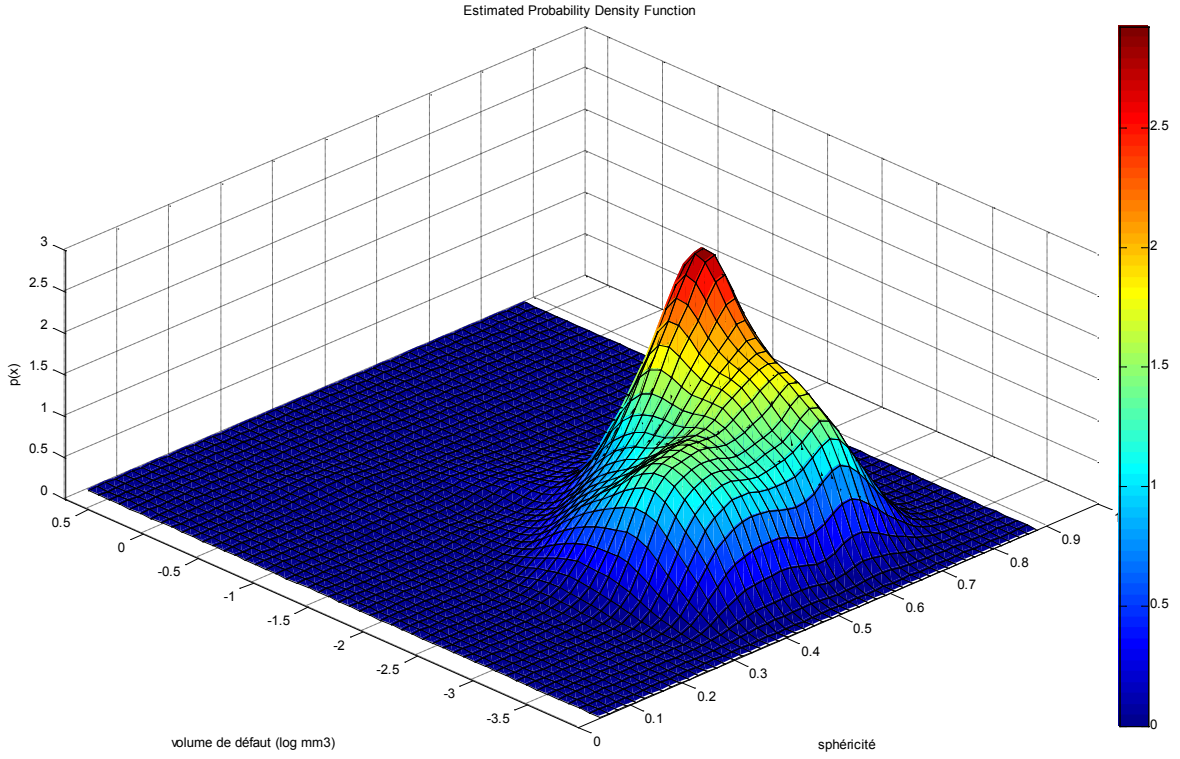


Figure 2.18 - Exemple de corrélation entre volume et sphéricité des défauts dans un échantillon de composite chanvre/époxy endommagé.

Chapitre III Dispositifs des essais mécaniques

La plupart des essais mécaniques ont été réalisés à l'Institut Pprime et certains ont été réalisés pendant mon séjour de trois mois à l'Université La Sapienza (Rome, Italie).

III.1 Essais réalisés à l'Institut Pprime

III.1.1 Machines d'essais mécaniques

Plusieurs machines ont été utilisées, afin de réaliser des essais de traction quasi-statique et de fatigue.

Machine de traction INSTRON 4505

C'est une machine électromécanique utilisée pour la réalisation des essais de traction quasi-statique sur des éprouvettes de composite chanvre/époxy et des éprouvettes de résine époxy seule.

Cette machine supporte une charge maximale de 100 kN, peut être pilotée en vitesse de déplacement de traverse de 0,001 à 1000 mm/minute et a une course de traverse de 1079 mm. Les essais ont été réalisés avec une vitesse de déplacement de la traverse de 0,5 mm/min.

Les mors hydrauliques fournissent une pression constante pendant l'essai, qui a été initialement fixée à 50 bar. Les éprouvettes ont été testées avec une couche de papier de verre (80 g/m^2) sur les talons pour éviter le glissement dans les mors.

Machine de traction INSTRON ElectroPuls E1000

C'est une machine électromécanique utilisée pour la réalisation des essais de traction quasi-statique sur des fils de chanvre et des éprouvettes monofilamentaires chanvre/époxy (Figure 2.19a).

Cette machine est équipée de mors plats auto-serrants et de cellules de charge de 2 kN et de 250 N, ce qui donne plus de précision pour les essais à charge faible.

Les valeurs de déformation des éprouvettes ont été calculées à partir de mesures de déplacement de la traverse de la machine. Il a été montré que, pour cette machine, les valeurs de déformation obtenues de cette façon sont équivalentes aux valeurs de déformations mesurées par des extensomètres à couteau [Bonnafous, 2010].

Machine de fatigue Instron 8501

C'est une machine servo-hydraulique uni-axiale (Figure 2.19b). Cette machine est équipée d'une cellule de charge de ± 100 kN et peut atteindre une fréquence maximale de 20 Hz. Elle a été utilisée pour tester les composites chanvre/époxy en fatigue sinusoïdale.

(a) (b)



Figure 2.19 - (a) Machine de traction INSTRON E1000 ElectroPuls. (b) Machine de fatigue Instron 8501.

III.1.2 Multi-instrumentation des essais mécaniques

Les essais mécaniques ont été multi-instrumentés, de manière à enregistrer tout au long des essais un maximum de données sur les échantillons testés : suivi de l'échauffement, des endommagements et des déformations.

Caméras

→ Caméra infrarouge (IR) : Camera SILVER de chez Cedip Infrared Systems, avec un détecteur au format 320x256 pixels et une sensibilité de 0,1°C.

→ Caméra haute vitesse : Camera FASTCAM SA5 de chez Photron, capable de filmer de 7500 images/seconde (1024 pixels x 1000 pixels) jusqu'à 775000 images/seconde (128 pixels x 24 pixels).

→ Caméra haute résolution : DMC-FZ28 de chez Panasonic avec capteur CCD de 10,1 mégapixels, une résolution de 20 µm/pixel, couleur.

→ Appareil photo haute résolution : Nikon D3X avec une résolution de 5,95 µm/pixel.

Emission acoustique

Pour les essais mécaniques réalisés à l'Institut Pprime, le système d'émission acoustique de chez Physical Acoustics SA a été utilisé (voir section V.1).

Mesure de déformation

Les mesures de déformation des éprouvettes au cours des essais de traction quasi-statique ont été faites par les techniques suivantes :

→ Extensomètre à couteaux : du type INSTRON n°620, d'écartement 12,5 mm, avec une extension de ±5 mm. L'extensomètre est positionné au centre des éprouvettes de composite et est utilisé pour la mesure de la déformation macroscopique.

→ Suivi de marqueurs par vidéo : la technique consiste à mesurer, en temps réel, la variation de la distance entre les centres de deux marqueurs circulaires sur les éprouvettes, enregistrée par une caméra numérique pendant l'essai.

→ Jauges bi-directionnelles de déformation : jauges de la série CEA de chez VISHAY, avec un seuil de déformation de ±5% dans les directions X et Y.

III.1.3 Mesure de la déformation de l'éprouvette pendant les essais de fatigue

Pour mesurer les déformations pendant les essais de fatigue, l'extensomètre à couteau n'est pas adapté car la concentration de contrainte créée par les couteaux sur l'éprouvette peut avoir une forte influence sur la durée de vie. Les jauges de déformation ne sont pas adaptées non plus car elles peuvent facilement se détériorer et/ou se décoller avant la fin de l'essai, en particulier à cause des fissures précoces sur la surface de l'éprouvette. D'autre part, les essais de fatigue étant déjà multi-instrumentés (suivi par émission acoustique, suivi avec caméra infrarouge et caméra haute résolution), l'encombrement spatial ne permettait pas d'ajouter la caméra de suivi de marqueurs.

Les mesures de déformation seront donc faites à partir du déplacement de la traverse de la machine. Cependant, il est connu que les mesures réalisées par cette méthode peuvent différer des mesures réalisées localement et être influencées par les déformations propres de la machine de fatigue. Ainsi, des essais préliminaires de fatigue ont été réalisés sur une éprouvette de composite chanvre/époxy $[0°/90°]_7$ pour comparer les mesures de déformation par le déplacement de la traverse et par les jauges. Trois essais ont été réalisés sur la même éprouvette :

Test 1 : Contrainte maximale à 80% de la contrainte à rupture, 1Hz, arrêté après 540 cycles.

Test 2 : Contrainte maximale à 80% de la contrainte à rupture, 1Hz, arrêté après 730 cycles.

Test 3 : Contrainte maximale à 80% de la contrainte à rupture, 5Hz, jusqu'à rupture.

Dans les courbes de la figure 2.20 et de la figure 2.21, on compare les déformations minimale et maximale de chaque cycle pour chaque essai. Ces courbes montrent une variation importante des mesures pour les déformations maximales. Pour le test 2, on voit qu'il y a eu un glissement de l'éprouvette vers le 60ème cycle, représenté par le saut de la mesure de la traverse. Pour le test 3, on voit qu'un endommagement de surface vers le 1000ème cycle a interrompu la mesure de la jauge. En dehors de ces cas particuliers, ces essais ont montré que la mesure de la déformation minimale du

cycle (ε_{min}) par le déplacement de la traverse est correcte. Par contre, une différence est observable sur les mesures des déformations maximales réalisées par les deux méthodes.

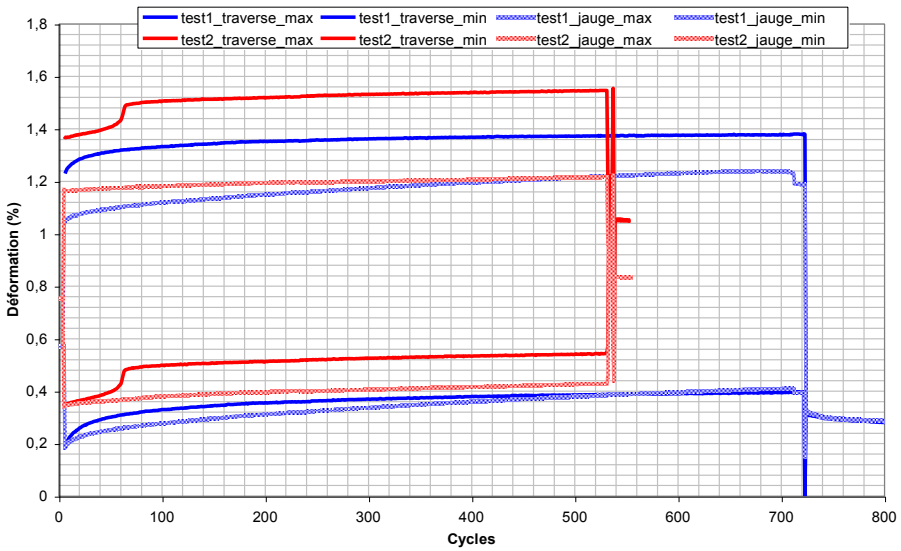


Figure 2.20 - Courbes de déformations minimale et maximale de chaque cycle mesurées par jauge et par déplacement de la traverse lors des essais 1 et 2, sur une éprouvette chanvre/époxy $[0°/90°]_7$ à la fréquence de 1Hz.

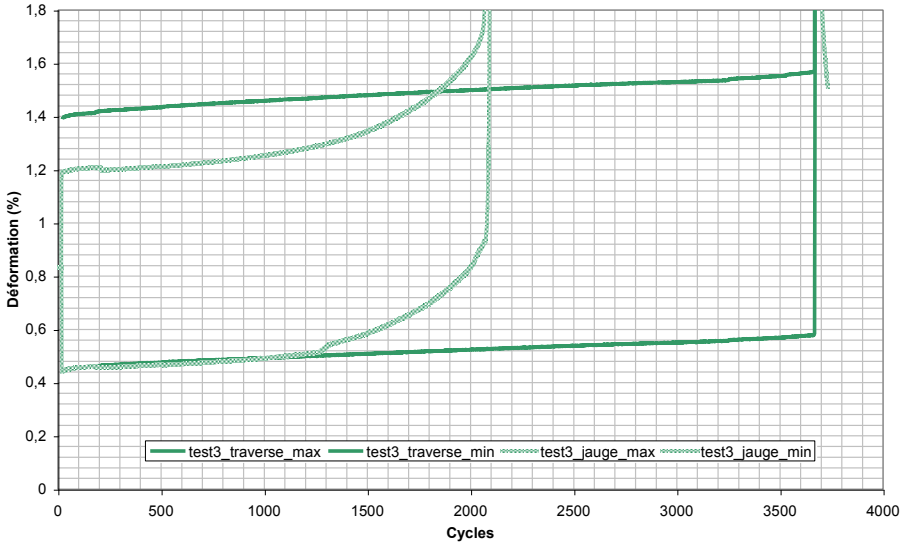


Figure 2.21 - Courbes de déformations minimale et maximale de chaque cycle mesurées par jauge et par déplacement de la traverse lors de l'essai 3, sur une éprouvette chanvre/époxy $[0°/90°]_7$ à la fréquence de 5Hz.

Pour analyser plus précisément cette différence, on a tracé sur la figure 2.22 la différence relative entre les $\Delta\varepsilon$ (déformations maximales moins déformations minimales de chaque cycle) mesurées par le déplacement de la traverse et par les jauges. Cela montre que la mesure de $\Delta\varepsilon$ par le déplacement de la traverse donne des erreurs importantes de 20% à 30%, mais que ces erreurs sont pratiquement constantes tout au long de l'essai. Ainsi, la méthode par mesure du déplacement de la traverse peut

être utilisée pour analyser l'évolution relative de $\Delta\varepsilon$ et, par conséquent, l'évolution relative du module sécant E_{sec}.

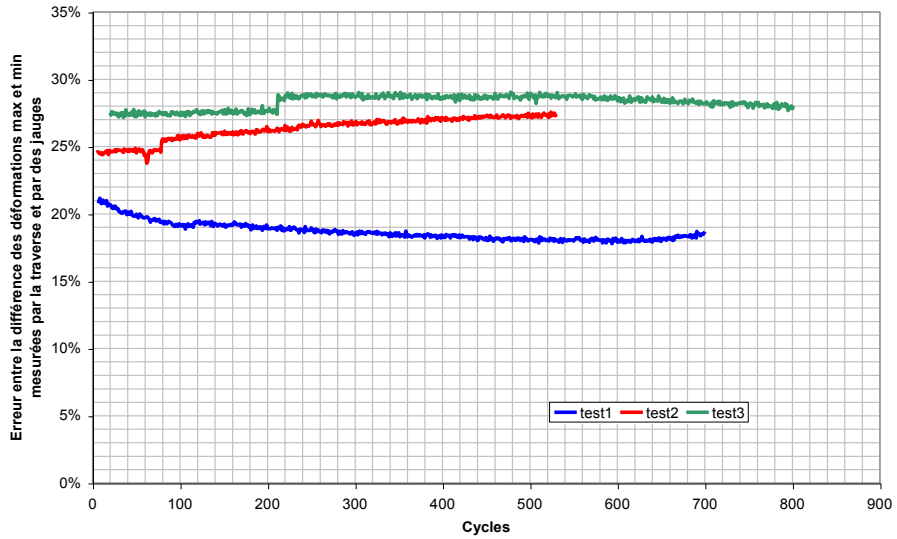


Figure 2.22 - Courbes de la différence relative entre les $\Delta\varepsilon$ de chaque cycle mesurées par le déplacement de la traverse et les jauges.

III.1.4 Suivi de l'échauffement par caméra infrarouge

Pour les tests de fatigue, le choix de la valeur de la fréquence a été effectué en s'appuyant sur les mesures d'échauffement des éprouvettes par caméra infrarouge.

Pour commencer, des mesures ont été réalisées avec une éprouvette de résine seule, à laquelle on a imposé la même déformation macroscopique que celle appliquée au composite lors des essais de fatigue à 65% de la contrainte à rupture du composite $[0°/90°]_7$. Quatre fréquences d'essais de fatigue ont été testées : 1Hz, 3Hz, 5Hz et 10Hz. Sur la figure 2.23, on compare les températures surfaciques maximales, relevées par la caméra infrarouge durant les 400 premiers cycles de fatigue sur la résine époxy seule, dans les quatre configurations d'essais. Les résultats montrent une augmentation progressive de l'échauffement avec la fréquence de cyclage : l'échauffement passe de 0,5°C à 0,8°C après 400 cycles.

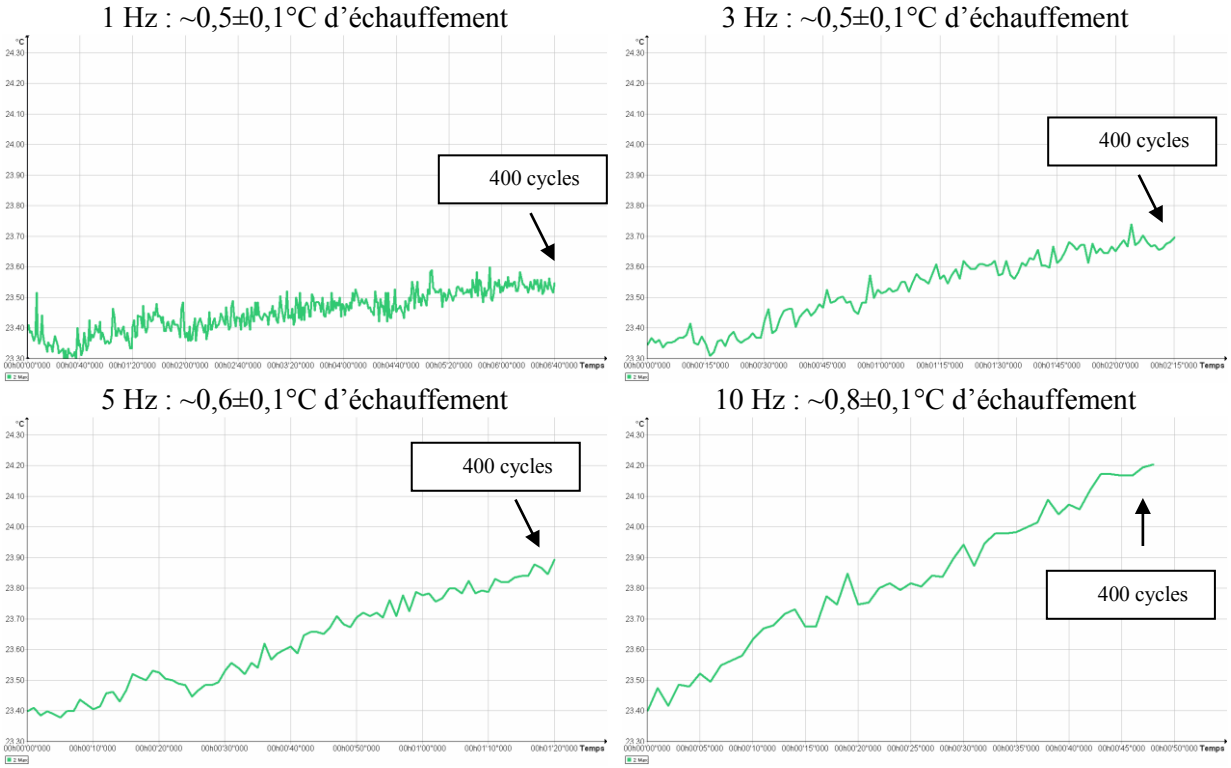


Figure 2.23 - Courbes de la température maximale à la surface de l'éprouvette de résine seule en fonction du temps, pour chaque fréquence testée (échauffement indiqué après 400 cycles).

Ensuite, on a mesuré l'échauffement sur des éprouvettes de composite, pour les deux orientations de fil de chaîne, 0° (Mp0bE5) et ±45° (Mp45aE6), sollicitées en fatigue à 5Hz. L'essai sur l'éprouvette à 0° (Mp0bE5) a été réalisé avec $\sigma_{max} = 75\%\sigma_{0,0°}$ et deux essais ont été réalisés sur les éprouvettes à ±45° (Mp45aE6), l'un à $\sigma_{max} = 75\%\sigma_{0,45°}$ (Figure 2.24) et l'autre avec un niveau de charge plus important : $\sigma_{max} = 90\%\sigma_{0,45°}$.

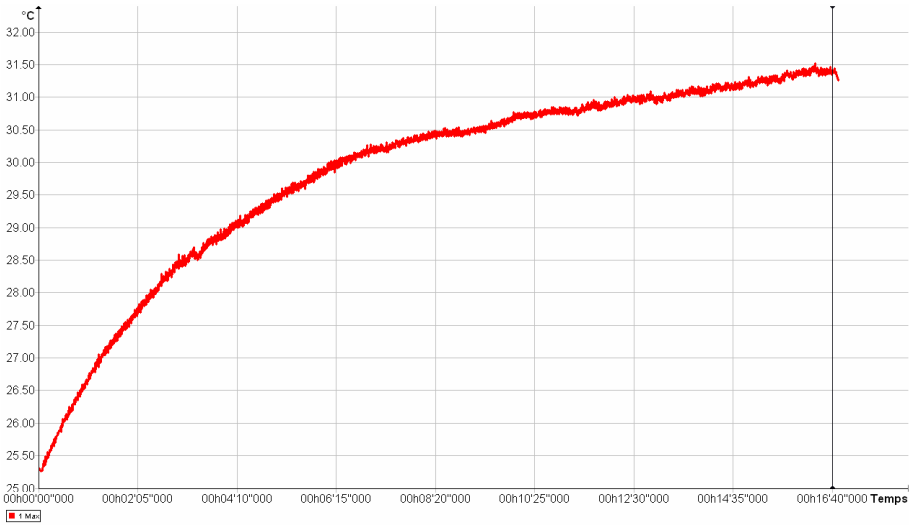


Figure 2.24 - Courbe de température maximale à la surface de l'éprouvette Mp45aE6 en fonction du temps (f = 5Hz).

La figure 2.25 présente l'échauffement maximal de la surface des éprouvettes de composite en fonction de la charge appliquée, pour les trois essais réalisés.

On constate que l'augmentation maximale de température, à la surface des éprouvettes sollicitées en fatigue à 5Hz, peut être importante (jusqu'à 35°C).

Ainsi, en raison du fort échauffement du composite à 5Hz, qui peut influencer ses propriétés mécaniques, les tests de fatigue seront faits à la fréquence de 1Hz.

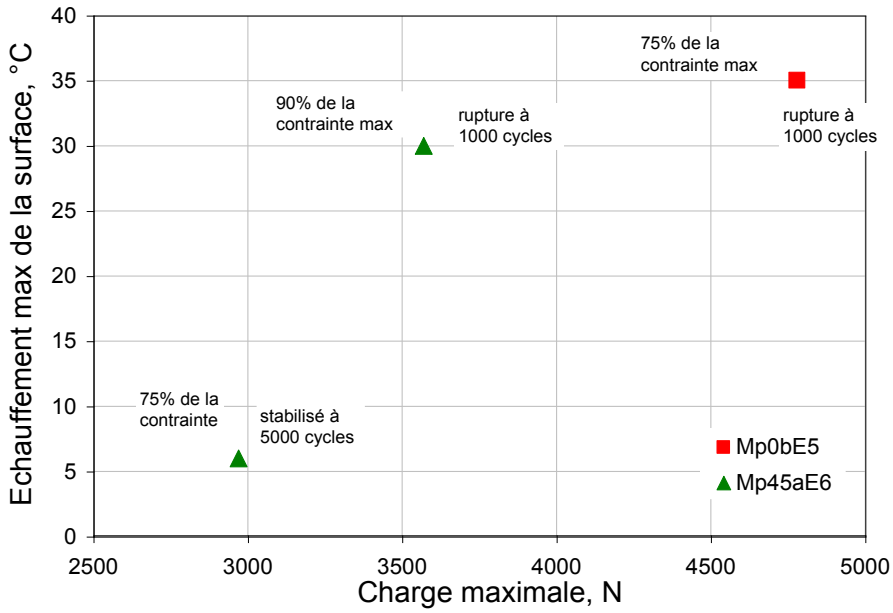


Figure 2.25 - Echauffement maximal de la surface à chaque essai en fonction de la charge appliquée à 5 Hz.

III.2 Essais réalisés à l'université La Sapienza

Les essais mécaniques réalisés lors de l'étude présentée dans la PARTIE 5 ont été réalisés à l'université La Sapienza, à Rome avec les machines présentées ci-après.

Machine de traction Zwick/Roell Z010

C'est une machine électromécanique avec une cellule de charge de 10 kN. Cette machine est dotée de mors hydrauliques et d'un extensomètre propre. Cet extensomètre se fixe, de façon automatique, à l'éprouvette.



Figure 2.26 - Machine de traction quasi-statique avec une éprouvette de chanvre/époxy impactée (Université La Sapienza).

Machine de fatigue MTS 858 Mini Bionix

C'est une machine servo-hydraulique uni-axiale, avec une course de ±60 mm, une cellule de charge de ±15 kN, une fréquence maximale de 30 Hz et une vitesse maximale du vérin de 200 mm/sec.



Figure 2.27 - Machine de fatigue MTS 858 (Université La Sapienza).

Machine d'impact Fractovis Plus

C'est une machine d'impact par tour de chute de chez CEAST (Pianezza - TO, Italie). La hauteur de chute peut varier de 30 mm à 1100 mm et la masse de l'impacteur peut varier de 2 kg à 70 kg (par pas de 1 kg). Ces caractéristiques permettent d'avoir des vitesses d'impact entre 0,75 m/s et 4,6 m/s, et des énergies d'impact entre 0,6 J et 755 J.



Figure 2.28 - Machine d'impact par tour de chute (CNR - Naples, Italie).

Emission acoustique

Pour les essais mécaniques réalisés à l'Université La Sapienza, le système d'émission acoustique utilisé est le AMSY5 de Vallen Systeme GmbH (voir section V.1).

Chapitre IV Technique de corrélation d'images numériques

La technique de corrélation d'images a été employée pour réaliser une analyse de champ de déformation sur la surface de composite chanvre/époxy lors d'essais de traction quasi-statique. Cette étude a été réalisée dans le cadre du stage d'Amélie Perrier, que j'ai co-encadré.

IV.1 Mise en place expérimentale

IV.1.1 Préparation des éprouvettes

Pour obtenir un état de surface utilisable pour la méthode de la corrélation d'images numériques (motifs aléatoire, uniques et suffisamment petits en fonction de la résolution des résultats que l'on souhaite obtenir), on dépose un mouchetis sur chaque éprouvette. Il s'agit d'une peinture acrylique noire mélangée à de fines particules jaunes de polymère de dimension d'environ 7 µm. La figure 2.29 présente un exemple de mouchetis obtenu à la surface d'une éprouvette de composite chanvre/époxy.

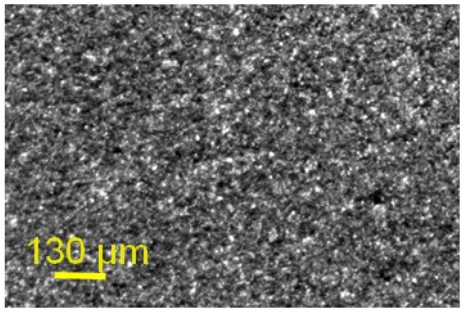


Figure 2.29 - Pose du mouchetis sur une éprouvette de composite chanvre/époxy.

IV.1.2 Prise d'images

La caméra utilisée pour l'acquisition d'images est une caméra haute-définition de 10 Mpixels (4004 pixels x 2670 pixels) et de distance focale de 80 mm, fixée sur un plateau permettant de faire la mise au point à l'aide de vis micrométriques. L'éprouvette est éclairée par un anneau de LED blanches

(Figure 2.30). Le grandissement obtenu est de 2,6 µm pour 1 pixel. Les images prises par la caméra couvrent une surface de 10,6 mm x 7,1 mm.



Figure 2.30 - Photo du montage de prise de vue pour la technique de corrélation d'image appliquée lors d'un essai de traction sur une éprouvette de composite tissé chanvre/époxy.

IV.2 Principe de la technique utilisée

Le logiciel de corrélation utilisé se nomme GRANU et a été développé à l'Institut Pprime. Le maillage définissant la position des centres des sous-fenêtres de corrélation est d'abord créé à l'aide du logiciel Abaqus. Pour chaque point de mesure, GRANU effectue des calculs de corrélation : pour un point donné dans l'image de référence (image 1), la matrice composée des niveaux de gris de chaque pixel constituant le motif aléatoire de la sous-fenêtre est comparée à celles d'autres fenêtres de la même dimension dans l'image de l'état déformé (image 2). Pour le premier point de mesure, la sous-fenêtre dans l'image 2 est centrée sur le point de mêmes coordonnées que dans l'image 1. La fenêtre de corrélation est ensuite déplacée pixel par pixel autour de ce point en formant une spirale jusqu'à ce que le coefficient de corrélation atteigne le critère de seuil de corrélation indiqué par l'utilisateur. Lorsqu'il est atteint pour une sous-fenêtre centrée sur un point P, le logiciel calcule la valeur du coefficient de corrélation pour chaque point d'une grille de pas de 1 pixel dont le centre est P. Ces valeurs forment le pic de corrélation (Figure 2.31a). Une interpolation polynomiale autour du pic de corrélation, cherchant à retrouver le maximum du pic entre les points de mesure, permet d'atteindre une précision sub-pixel jusqu'au dixième de pixel (Figure 2.31b).

Les coordonnées du centre de la sous-fenêtre correspondant au coefficient de corrélation maximum permettent de déterminer les composantes du vecteur déplacement que l'on recherche. Pour chaque point *n* suivant, GRANU utilise les coordonnées du point *n-1* pour commencer la recherche de la corrélation. Les déplacements obtenus pour l'ensemble des points de mesure sont dérivés par Abaqus afin d'obtenir les champs de déformations.

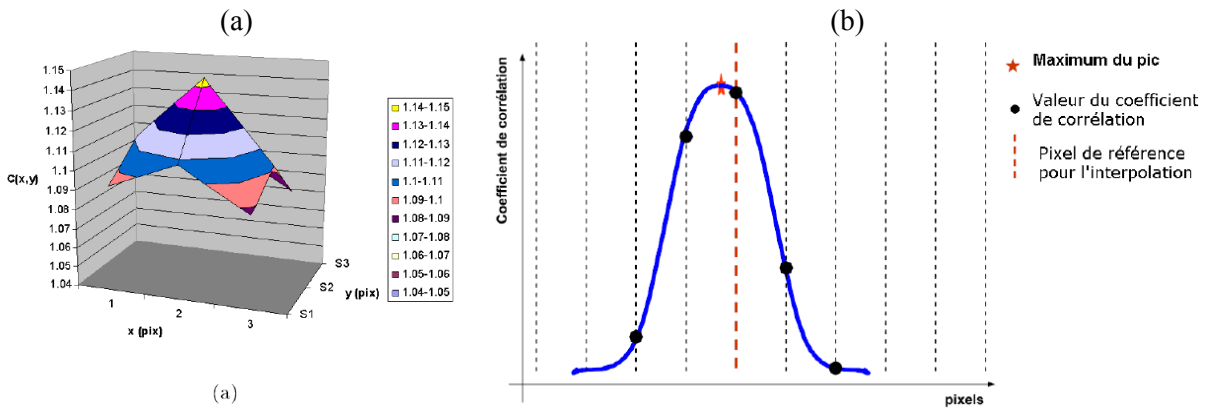


Figure 2.31 - (a) exemple de pic de corrélation ; (b) interpolation polynomiale 2D.

Des essais préliminaires ont permis d'optimiser les paramètres d'analyse des images à entrer dans le logiciel GRANU. Les paramètres sont :

→ La taille du grain, égale à la moitié de la largeur du pic de corrélation.

→ Le seuil qui est la limite au-dessus de laquelle les pics trouvés par le logiciel sont considérés comme significatifs. Cela permet de filtrer le bruit, caractérisé par des pics plus faibles.

→ La taille de sous-fenêtre, taille du côté en pixels de la fenêtre carrée.

→ La taille de l'interpolation qui représente le nombre de pixels pris en compte dans la construction d'une interpolation polynomiale autour du pic de corrélation (Figure 2.31b). Cette interpolation permet d'améliorer la précision jusqu'au dixième de pixel en permettant de trouver le maximum du pic. Pour une taille de grain petite, le pic de corrélation est étroit ; dans ce cas, il est préférable d'utiliser une interpolation de 3x3 pixels² pour ne prendre en compte que le pic de corrélation dans la construction de la paraboloïde et éviter d'utiliser du bruit au voisinage de la base du pic.

→ Le rayon de recherche qui indique une limite dans la zone de recherche du motif de la fenêtre de corrélation dans l'image 2 autour du centre du point de mesure. Pour cette recherche, la fenêtre de corrélation est déplacée pixel par pixel en formant une spirale autour du centre du point de mesure. Lorsque le logiciel atteint cette limite, il passe au point de mesure suivant même s'il n'a pas corrélé.

→ La variation d'intensité, si les 2 images sont de niveaux d'intensité différents.

→ La taille du pic ; plus la valeur du pic est élevée, plus le maximum du pic doit être grand par rapport au bruit.

Les valeurs optimisées pour ces paramètres sont présentées dans le tableau 2.6 :

Paramètre	Valeur
taille du grain	3 (pixels)
seuil	55/50 (%)
taille sous-fenêtre	40/30 (pixels)
taille de l'interpolation	9 (pixels)
interpolation renforcée	1 (oui)
rayon de recherche	100 (pixels)
variation d'intensité	10
taille du pic	4

Tableau 2.6 - Paramètres optimisés du logiciel GRANU pour le dépouillement des images d'une éprouvette de composite tissé chanvre/époxy.

IV.3 Sensibilité de la méthode

L'intervalle de dispersion sur la déformation déterminée par la méthode de corrélation d'image utilisée au laboratoire a été évalué expérimentalement à $\pm 5.10^{-4}$. Cette valeur est néanmoins une moyenne, étant donné que la dispersion augmente par exemple pour les déplacements très petits pour lesquels les valeurs sont perturbées par le bruit. En corrélant une image avec elle-même, ou deux images entre lesquelles on sait que la déformation doit être nulle, on peut retrouver cet intervalle en traçant la valeur des déformations en chaque point du maillage comme dans la figure 2.32.

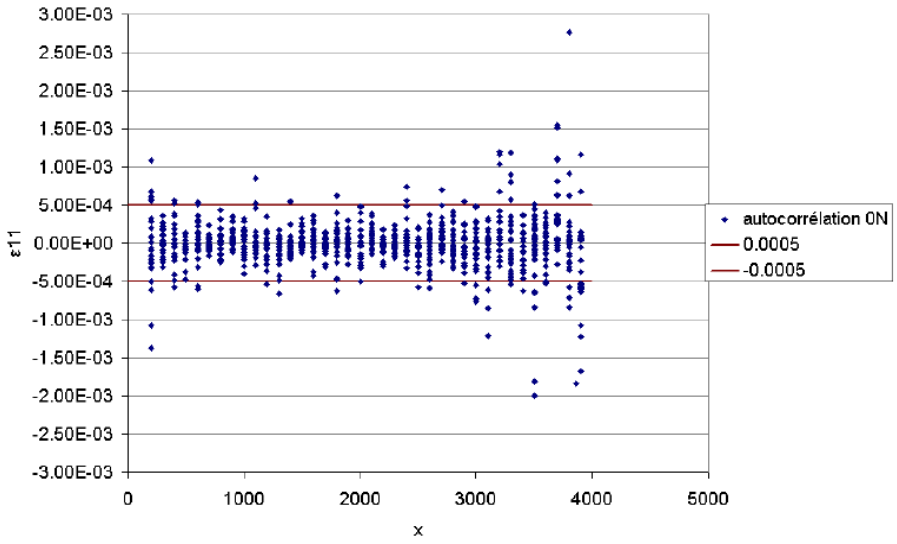


Figure 2.32 - Auto-corrélation de l'image de l'état initial (à charge nulle) sur une éprouvette de composite chanvre/époxy : détermination de la dispersion des mesures à $\pm 5.10^{-4}$.

Chapitre V Technique d'émission acoustique

La technique d'émission acoustique (EA) permet l'enregistrement des ondes acoustiques émises par un matériau soumis à une sollicitation mécanique. Elle a été utilisée pour suivre l'évolution de l'endommagement dans le composite chanvre/époxy lors de plusieurs types d'essais.

Des capteurs piézo-électriques placés à la surface de l'échantillon captent les vibrations de surface et les amplifient pour délivrer le signal d'émission acoustique (Figure 2.33). Lorsqu'un matériau est soumis à des sollicitations mécaniques, il subit différents types d'endommagement. Chaque mécanisme d'endommagement est source d'une onde d'émission acoustique. La figure 2.33 présente l'acquisition d'un nuage d'évènements acoustiques lors d'une sollicitation en traction d'un composite [Bonnafous, 2010]. Le nuage acquis peut contenir l'ensemble des coups appelés « hit », qui correspondent aux phénomènes acoustiques entendus par l'un ou les deux capteurs. Les informations peuvent également être traitées en terme d'évènements appelés « event », il s'agit alors d'évènements acoustiques qui ont été entendus par les deux capteurs.

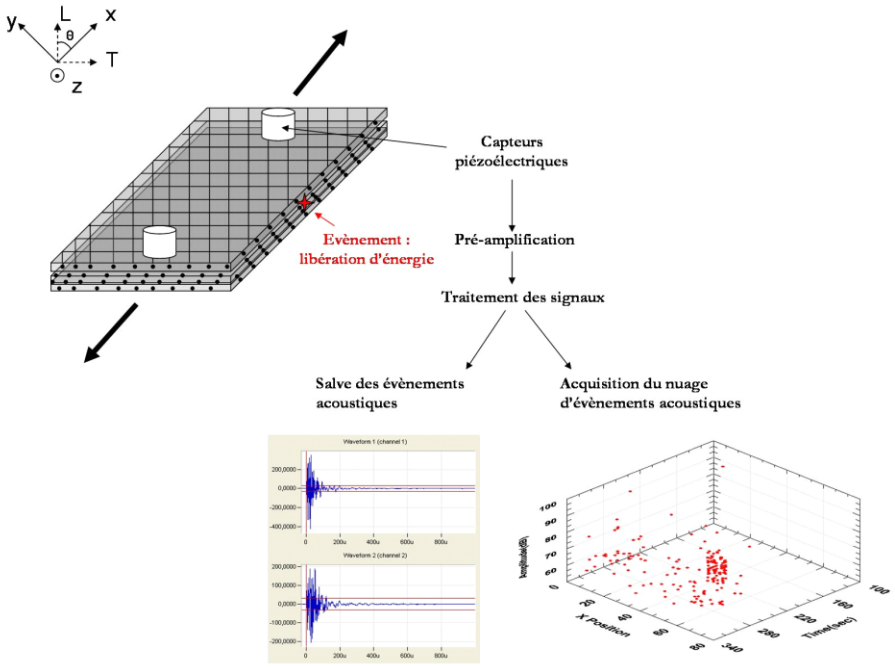


Figure 2.33 - La chaîne d'acquisition d'émission acoustique [Bonnafous, 2010].

L'onde captée au bout de la chaîne d'émission acoustique se présente sous la forme d'une salve et se caractérise par de nombreux paramètres (Figure 2.34) :

→ L'amplitude maximale exprimée en décibels,

→ L'énergie du signal,

→ Le temps de montée, la durée entre le premier dépassement de la limite et le moment où le maximum d'amplitude est atteint,

→ La durée de la salve, durée entre le premier dépassement de la limite et le dernier dépassement de la limite,

→ Le nombre de coups,

→ Les différentes fréquences (moyenne, de réverbération, initiale, centroïde et maximale).

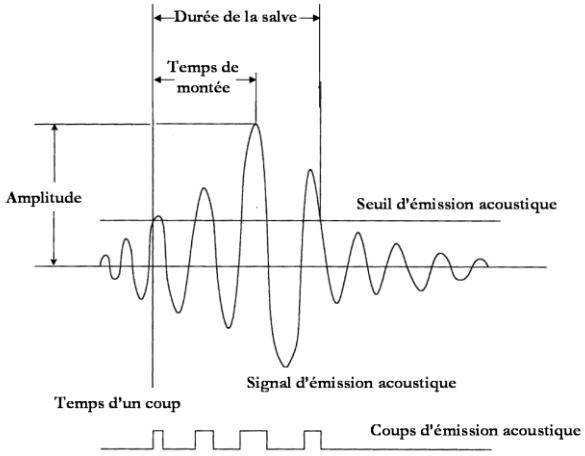


Figure 2.34 - Représentation schématique d'une salve d'émission acoustique [Bonnafous, 2010].

V.1 Systèmes utilisés

La chaîne d'émission acoustique utilisée lors des essais à l'Institut Pprime est constituée d'un système d'acquisition PCI-2 de Physical Acoustics Corporation et de deux capteurs piézo-électriques larges bandes (Micro80) avec une fréquence de résonance de 300 kHz, et une surface active de 10mm de diamètre. Le système utilisé à l'université La Sapienza est le AMSY5 de Vallen Systeme GmbH, avec deux capteurs piézo-électriques larges bandes (100-1500 kHz, Fujicera 1045S) de surface active de 20mm de diamètre.

Pour tous les essais, l'acquisition a été effectuée sur une bande de fréquence variant de 1kHZ à 3 MHz. Les préamplificateurs ont été réglés avec un gain de 40dB. Le seuil a été fixé à 35 dB. Différentes données d'acquisition des salves sont issues du travail de Bonnafous [Bonnafous, 2010] sur le même composite chanvre/époxy. Ces paramètres sont schématisés dans la figure 2.35.

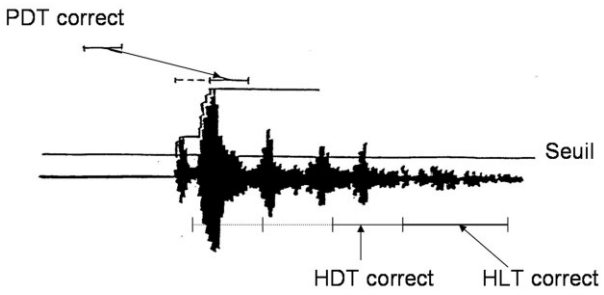


Figure 2.35 - Schématisation d'une salve acquise [Bonnafous, 2010].

Le paramètre PDT (peak definition time) permet la détermination du maximum de la salve. La durée que l'utilisateur choisit se déclenche dès que le seuil est dépassé et peut se répéter jusqu'à la fin du hit. Le paramètre HDT (hit definition time), qui définit le temps d'une salve, se déclenche dès qu'on se situe en dessous du seuil et doit être assez long pour permettre la détermination du maximum de la salve par le paramètre PDT. Le paramètre HLT (hit lockout time) définit un temps de réarmement et se déclenche à la fin du temps HDT pour éviter l'acquisition d'éventuels échos. Le paramètre « Max Duration » correspond à la durée maximale de la salve.

Les valeurs utilisées pour ces paramètres sont :

→ PDT = 200 µs

→ HDT = 800 µs

→ HLT = 1000 µs

→ Max Duration = 100 ms

Les capteurs ont été recouverts d'une graisse silicone et positionnés, au moyen de pinces, directement sur les éprouvettes de composite chanvre/époxy (Figure 2.36).

Pour chaque éprouvette, le système d'acquisition a été calibré avant chaque essai au moyen de cassés de mines avec un stylo spécifique permettant d'ajuster le contact entre les capteurs et l'éprouvette (méthode Hsu-Nielsen). Connaissant la distance entre les centres des deux capteurs, la vitesse de l'onde a été déduite et entrée dans le logiciel d'acquisition afin de permettre la localisation des évènements acoustiques. Le traitement des données a ainsi été effectué uniquement à partir des évènements acoustiques situés entre les capteurs.

(a) (b)

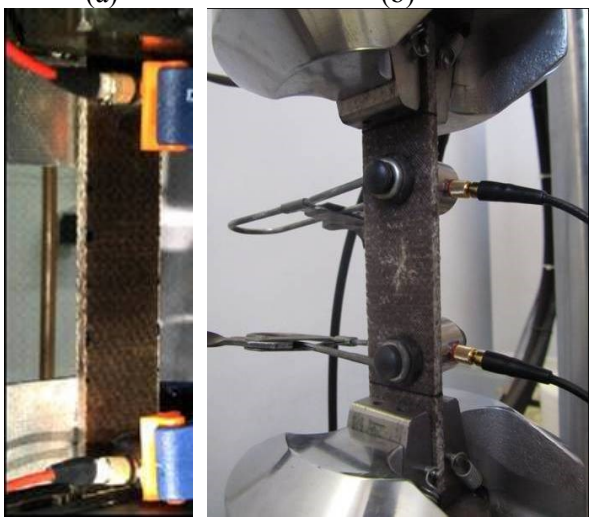


Figure 2.36 - Photos des éprouvettes de composite chanvre/époxy et capteurs d'émission acoustique (a) à l'Institut Pprime et (b) à l'Université La Sapienza.

V.2 Choix de l'amplitude comme paramètre d'identification du type d'endommagement

L'identification des mécanismes d'endommagement des matériaux composites par la technique d'émission acoustique nécessite d'associer l'évolution d'un ou de plusieurs paramètres d'émission acoustique à un mécanisme d'endommagement. Dans ce travail de thèse, on utilise l'amplitude comme paramètre de signal d'onde pour classifier les événements acoustiques par type d'endommagement.

Le choix de ce paramètre a été réalisé dans une étude précédemment menée par Claire Bonnafous [Bonnafous, 2010], à l'Institut Pprime, sur le même matériau. Dans cette étude, une méthode d'identification, qui s'appuie sur des analyses multi-échelles couplées à des observations au microscope électronique à balayage, a été développée pour identifier les mécanismes d'endommagement propres à chaque échelle de la microstructure des composites chanvre/époxy.

Les signatures acoustiques propres à chaque matériau, la résine pure, le fil seul et le composite $[0/90]_7$, ont été caractérisées au moyen d'essais de traction instrumentés par émission acoustique. Les évènements acoustiques enregistrés ont été classés en fonction de leur amplitude pour un ensemble d'éprouvettes d'un même matériau. Le nombre d'évènements par amplitude a été moyenné sur l'ensemble des éprouvettes d'un même matériau pour créer la courbe expérimentale de la distribution des évènements acoustiques pour chaque matériau.

Une loi statistique de type Laplace-Gauss a été utilisée pour approcher les courbes expérimentales (Figure 2.37) ; le mode ainsi que la gamme, la largeur de la courbe à mi-hauteur, ont été utilisées pour caractériser les lois statistiques. Les signatures acoustiques de la résine pure et du fil seul ont été détectées dans les signatures acoustiques des composites chanvre/époxy.

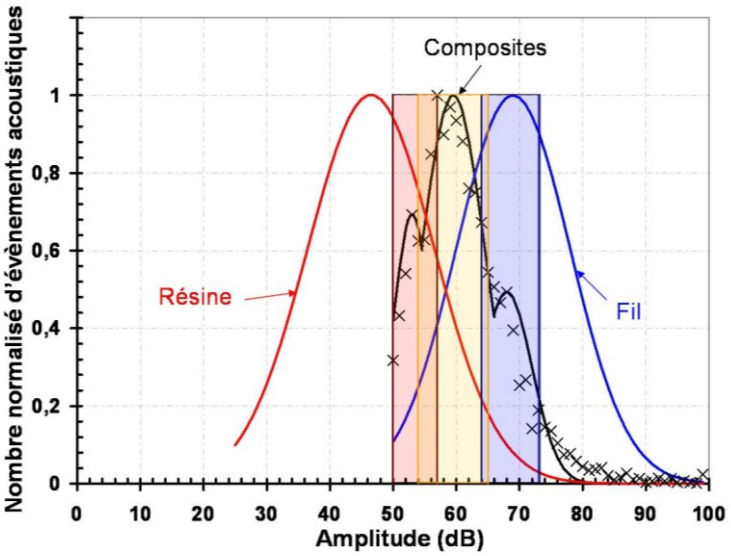


Figure 2.37 - Courbes expérimentale et statistique des amplitudes des évènements acoustiques enregistrés sur les composites chanvre /époxy et profils statistiques pour la résine pure et le fil de chanvre seul [Bonnafous, 2010].

Les différents mécanismes d'endommagement, fissuration matricielle et endommagement des renforts, ont donc été directement associés aux modes correspondants dans la signature acoustique des composites. Le mode du pic « amplitude moyenne » a été associé aux phénomènes mixtes liés à l'interface fibre/matrice. Cette approche multi-échelle, basée sur l'identification des signatures acoustiques des matériaux élémentaires constitutifs du composite, a donc permis de caractériser par émission acoustique les mécanismes d'endommagement qui se développent dans des composites chanvre/époxy. Les différents modes et gammes qui ont été identifiés ainsi que les mécanismes correspondants sont récapitulés dans le tableau 2.7.

Matériau	Mode (dB)	Gamme (dB)	Mécanismes d'endommagement associés
Fil de chanvre	69 ± 10	58-79	Endommagement et rupture de fibres
Résine Epoxy	47± 12	35-58	Fissuration de la résine
Composites chanvre/époxy $[0/90]_7$	53 ± 4	35-57	Fissuration matricielle
	59 ± 6	54-65	Décohésion fibre/matrice
	68 ± 5	64-73	Endommagement et rupture des renforts

Tableau 2.7 - Amplitudes des évènements d'émission acoustique et leurs mécanismes d'endommagement associés dans les composites $[0/90]_7$ chanvre/époxy [Bonnafous, 2010].

Cependant, il existe des zones de recouvrement entre les différentes gammes d'amplitude (Tableau 2.8). Les évènements dont l'amplitude est dans ces zones de recouvrement ne peuvent pas être classifiés dans un seul type de mécanismes et, donc, ne sont pas considérés dans la présente étude pour

le suivi par émission acoustique. Ainsi, les gammes d'amplitude, associées à chacun des trois types d'endommagement, utilisées dans la présente étude pour le suivi d'émission acoustique, sont mentionnées dans le tableau 2.8.

Mécanismes d'endommagement associés	Gammes identifiées (dB)	Zones de recouvrement (dB)	**Gammes utilisées pour le suivi (dB)**
Fissuration matricielle	35-57		**35-53**
		54-57	
Décohésion fibre/matrice	54-65		**58-63**
		64-65	
Endommagement et rupture des renforts	64-73		**66-100**

Tableau 2.8 - Zones de recouvrement et gammes d'amplitude utilisées pour le suivi temporel des évènements acoustiques.

V.3 Correction de l'atténuation de l'amplitude

De Rosa et al. dans leur article de revue sur l'émission acoustique des composites à fibres végétales [De Rosa, Santulli, and Sarasini, 2009], soulignent une différence, selon les auteurs, dans les classifications de types de mécanismes d'endommagement par EA. Ils relient cette différence à la non prise en compte de l'atténuation du signal acoustique.

Il a été montré par [Mechraoui et al., 2012] que l'atténuation de l'amplitude des signaux acoustiques est notable sur des éprouvettes composites à matrice époxy et donc il est nécessaire de réaliser une correction de ces mesures.

La correction de l'atténuation de l'amplitude doit être réalisée à partir d'une « courbe d'atténuation » du matériau, qui représente la mesure de l'amplitude réalisée par le capteur d'EA en fonction de la distance du capteur à la source du signal acoustique. Pour une source d'amplitude constante, la mesure réalisée par le capteur va en effet varier avec la distance, à cause de l'atténuation du matériau.

Pour déterminer les courbes d'atténuation des matériaux étudiés, nous avons préparé des éprouvettes de composite chanvre/époxy $[0°/90°]_7$ et $[\pm 45°]_7$ et une éprouvette de résine époxy seule, avec des marques, distantes de 10 mm, sur la zone utile des éprouvettes entre les capteurs d'émission acoustique (80 mm) (Figure 2.38). Pour chaque type d'éprouvette et sur chaque marque, nous avons généré des événements acoustiques (6 à chaque fois) d'amplitude 99-100 dB par la méthode du cassé de mines avec un stylo spécifique (méthode Hsu-Nielsen).

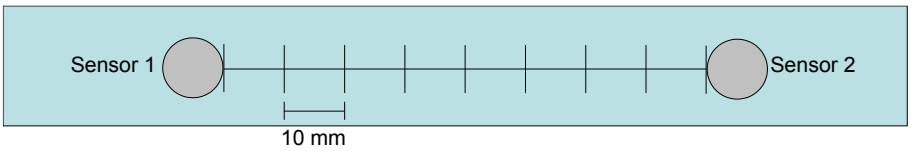


Figure 2.38 - Représentation des marques disposées sur une éprouvette pour déterminer la courbe d'atténuation d'émission acoustique.

Ensuite, les résultats des amplitudes des enregistrements réalisés par les capteurs ont été regroupés sur une courbe comme montré sur la figure 2.39, pour une éprouvette de composite chanvre/époxy $[0°/90°]_7$, représentant les valeurs d'amplitude mesurées par les capteurs en fonction de la distance par rapport au point de génération des ondes de 99-100 dB d'amplitude. Cette courbe montre, une certaine dispersion des mesures (écart type d'environ 3 dB), et surtout une atténuation progressive de l'amplitude dans l'intervalle de distance considéré (d'environ 11 dB pour une distance de 40 mm).

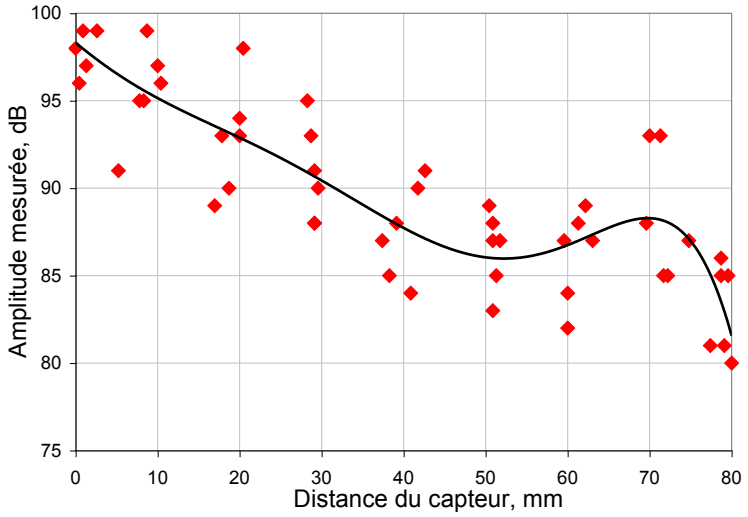


Figure 2.39 - Amplitude d'EA mesurée par les capteurs en fonction de la distance de la source d'onde, pour une éprouvette de composite chanvre/époxy $[0°/90°]_7$.

Les courbes de la figure 2.40a présentent les moyennes des amplitudes mesurées par les capteurs d'émission acoustique en fonction de la distance à la source de l'onde générée, pour des éprouvettes de composite chanvre/époxy $[0°/90°]_7$ et $[\pm45°]_7$ et de résine époxy seule, avec les dispersions respectives. Ces courbes sont limitées à la distance de 40 mm, qui est la distance maximale qu'un événement acoustique peut avoir par rapport à un des deux capteurs situés aux extrémités de la zone utile de 80 mm de l'éprouvette.

Cela montre que l'orientation des fils de tissu n'a pas d'influence significative sur l'atténuation de l'amplitude dans le composite chanvre/époxy et que l'atténuation de l'amplitude dans le composite et dans le résine seule n'est pas significativement différente.

La courbe noire de la figure 2.40b, représente l'atténuation globale, tracée à partir des moyennes des atténuations pour chaque type d'éprouvette. Cette courbe, dont les données sont représentées dans le tableau 2.9, est utilisée pour corriger l'amplitude des résultats analysés dans ce travail de thèse.

L'exemple de la figure 2.41 montre la différence entre l'analyse des résultats d'émission acoustique avec et sans correction de l'amplitude. Dans cet exemple, on présente le nombre cumulé des événements acoustiques par type d'endommagement, lors d'un essai de fatigue sur le composite chanvre/époxy. Lorsque l'amplitude n'est pas corrigée, il n'y a quasiment que des éventements acoustiques relatifs à l'endommagement de la matrice, alors qu'après correction, on retrouve les trois types d'endommagement attendus pour ce matériau.

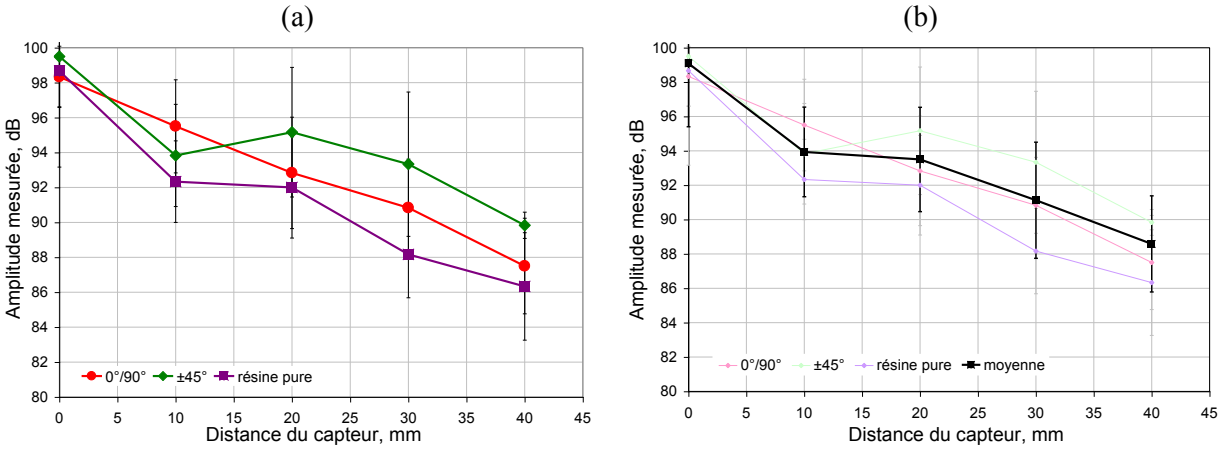


Figure 2.40 - (a) courbes d'atténuation pour les composites chanvre/époxy $[0°/90°]_7$ et $[\pm45°]_7$ et la résine époxy seule. (b) courbe d'atténuation moyenne.

Distance de la source	Atténuation de l'amplitude
0 mm	0 dB
10 mm	5 dB
20 mm	6 dB
30 mm	8 dB
40 mm	10 dB

Tableau 2.9 - Données de la courbe d'atténuation moyenne dans les composites chanvre/époxy étudiés.

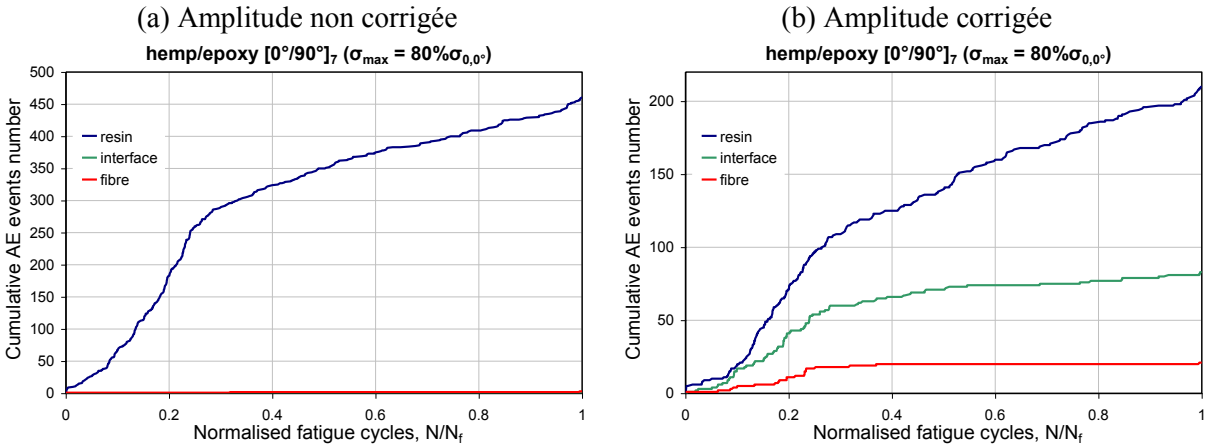


Figure 2.41 - Nombre cumulé d'événements acoustiques par type d'endommagement, lors d'un essai de fatigue sur le composite chanvre/époxy, sans (a) et avec (b) correction de l'amplitude.

Dans l'Annexe I, on présente des courbes d'atténuation pour d'autres paramètres d'onde acoustique, obtenues à partir des essais par la méthode du cassé de mines. Contrairement à l'amplitude, les valeurs référence de ces autres paramètres ne sont pas connues ; cependant il a été possible d'observer une tendance d'atténuation avec la distance des capteurs pour certains de ces paramètres. Dans le tableau 2.10, sont représentées les différences absolue et relative de la moyenne des valeurs de chaque paramètre mesurées à 0 et à 40 mm des capteurs. De façon générale, ce tableau montre que certains paramètres, comme l'énergie absolue, le temps de montée, le nombre de coups de montée, la fréquence initiale et la fréquence centroïde, présentent une atténuation relative supérieure à celle de l'amplitude. D'autres paramètres comme la durée, le nombre de coups, la fréquence moyenne et la fréquence de réverbération présentent une atténuation négligeable.

Paramètre	Atténuation à 40 mm	
	Résine époxy seule	Composite chanvre/époxy 7 plis
Amplitude	-12±3 dB (-15%)	-11±3 dB (-12%)
Energie absolue	$-2{,}2.10^6$ (-95%)	$-1{,}7.10^6$ (-85%)
Temps de montée	+52±25 ms (+400%)	+52±19 ms (+400%)
Durée	Négligeable	Négligeable
Nombre de coups de montée	+3±2 (+100%)	+6 (+300%)
Nombre de coups	Négligeable	Négligeable
Fréquence moyenne	Négligeable	Négligeable
Fréquence de réverbération	Négligeable	Négligeable
Fréquence initiale	-126±35 (-55%)	-41±32 (-25%)
Fréquence (centroïde)	-59±7 (-55%)	-43±8 (-44%)
Pic de fréquence	Négligeable	Négligeable

Tableau 2.10 - Valeurs d'atténuation des différents paramètres d'onde acoustique pour la résine époxy et le composite chanvre/époxy.

Bilan sur les matériaux étudiés et les techniques utilisées

Le matériau composite à renfort tissé de chanvre et matrice époxy étudié dans ce travail de thèse a été élaboré par deux procédés de fabrication : RTM et infusion. Plusieurs échantillons ont été testés en microtomographie à rayons X par l'Institut Jean Lamour de Nancy. L'analyse des clichés, effectuée à l'Institut Pprime dans le cadre de cette thèse, a permis de déterminer pour les composites étudiés un taux volumique moyen de fibres compris entre 30 et 40%, et un taux volumique moyen de porosité compris entre 2 et 6%.

Les essais de fatigue mécanique réalisés à l'Institut Pprime ont été multi-instrumentés, afin de pouvoir enregistrer un maximum de données in situ. Des tests préliminaires avec suivi par thermographie infrarouge ont permis de fixer la fréquence des essais de fatigue à 1Hz. D'autre part, les tests d'impact et de fatigue post-impact ont été réalisés au cours d'un séjour de trois mois en 2012 à l'Université La Sapienza à Rome (Italie). Ensuite, des observations post-mortem ont été effectuées sur les échantillons par microscopie et par microtomographie à rayons X.

La technique de corrélation d'images numériques a été utilisée pour mesurer les champs de déplacements à la surface des échantillons. Pour le suivi par émission acoustique, l'identification en trois classes d'endommagement a été basée sur l'amplitude des salves. Une étude paramétrique a également été effectuée pour pouvoir prendre en compte l'effet d'atténuation des ondes acoustiques dans le matériau.

PARTIE 3 Mise en place d'un modèle simplifié de composite tissé et détermination des niveaux de contrainte pour les essais de fatigue

Dans le but de mettre en place un modèle numérique représentatif du composite tissé chanvre/époxy, le comportement de chaque constituant du composite est tout d'abord analysé. Puis le modèle par éléments finis créé est décrit, et les premiers résultats obtenus sont présentés. Enfin, des essais sur le composite ont été réalisés afin de valider le modèle, et aussi de déterminer les conditions de la campagne de tests de fatigue.

CHAPITRE I PROPRIETES MECANIQUES DES CONSTITUANTS ..... - 93 -
I.1 La résine époxy ..... *- 93 -*
I.1.1 Loi de comportement en traction ..... - 93 -
I.1.2 Paramètres mécaniques pour le modèle numérique ..... - 93 -
I.2 Le fil de chanvre ..... *- 95 -*
I.2.1 Préparation des échantillons ..... - 95 -
I.2.2 Essais de traction réalisés ..... - 96 -
I.2.3 Loi de comportement en traction des fils de chanvre ..... - 98 -
I.2.4 Essais de chargements répétés progressifs (CRP) ..... - 100 -
I.2.5 Suivi in-situ des modes de rupture ..... - 102 -
I.2.6 Faciès de rupture des fils ..... - 104 -
I.2.7 Paramètres mécaniques pour le modèle numérique ..... - 104 -
CHAPITRE II MODELE PAR ELEMENTS FINIS DU COMPOSITE TISSE ..... - 106 -
II.1 Quelques exemples dans la littérature ..... *- 106 -*
II.2 Géométrie et conditions aux limites ..... *- 108 -*
II.2.1 Géométrie ..... - 108 -
II.2.2 Chargement ..... - 109 -
II.3 Propriétés matériaux utilisées ..... *- 110 -*
II.3.1 Fil ..... - 110 -
II.3.2 Résine ..... - 110 -
II.3.3 Contact fils de chaîne et fils de trame : ..... - 110 -
II.3.4 Contact fil et résine ..... - 110 -
II.3.5 Dispersion des propriétés ..... - 111 -
II.4 Premiers résultats ..... *- 112 -*
II.4.1 Champs de déformation ..... - 112 -
II.4.2 Endommagements ..... - 114 -
II.4.3 Courbe contrainte-déformation globale ..... - 116 -
CHAPITRE III COMPORTEMENT EN TRACTION QUASI-STATIQUE DU COMPOSITE CHANVRE/EPOXY ..... - 118 -
III.1 Conditions d'essai ..... *- 118 -*
III.2 Mesures par corrélation d'images des champs de déformation ..... *- 119 -*
III.2.1 Champs de déformations d'une éprouvette $[0°/90°]_7$ ..... - 119 -
III.2.2 Champs de déformations d'une éprouvette $[\pm 45°]_7$ ..... - 125 -
III.3 Premières comparaisons du modèle avec les résultats expérimentaux ..... *- 127 -*
III.3.1 Comportement macroscopique ..... - 127 -
III.3.2 A l'échelle microstructurale ..... - 129 -
III.4 Détermination des contraintes à appliquer en fatigue ..... *- 130 -*
CONCLUSIONS DE LA PARTIE 3 ..... - 133 -

Chapitre I Propriétés mécaniques des constituants

Dans ce chapitre, seront étudiés successivement les comportements mécaniques de la résine seule et du fil de chanvre seul.

I.1 La résine époxy

I.1.1 Loi de comportement en traction

Des essais de traction quasi-statique ont été réalisés sur des échantillons de résine EPOLAM 2020 afin de déterminer la loi de comportement de la résine seule. La figure 3.1 présente la courbe maîtresse contrainte-déformation obtenue pour cette résine époxy.

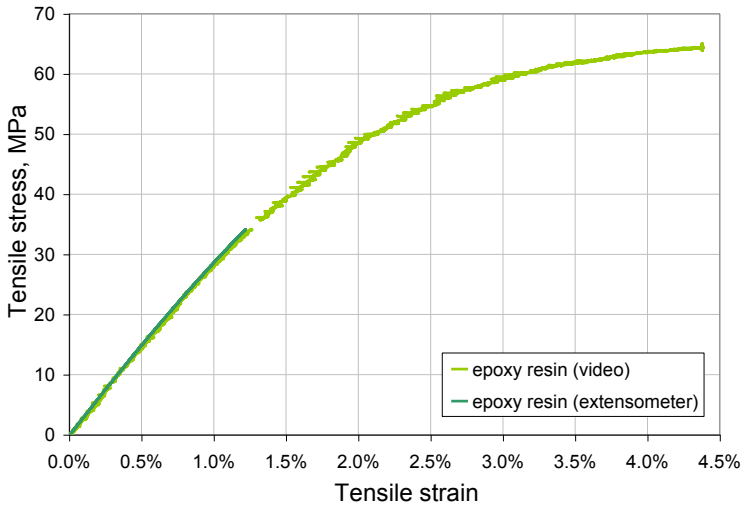


Figure 3.1 - Courbe contrainte-déformation en traction de la résine EPOLAM 2020 seule.

I.1.2 Paramètres mécaniques pour le modèle numérique

La résine époxy a été modélisée comme un matériau élasto-plastique isotrope.

Domaine élastique

Dans le modèle, pour tenir compte de la dispersion des propriétés du matériau, une loi normale a été ajoutée pour représenter l'intervalle de dispersion des résultats expérimentaux obtenus sur la contrainte à rupture de cette résine. Pour se baser sur un grand nombre de résultats, les résultats obtenus précédemment par Claire Bonnafous [Bonnafous, 2010] ont été également pris en compte pour déterminer cette dispersion. Finalement les paramètres du domaine élastique utilisés pour modéliser la résine sont présentés dans le tableau 3.1.

Paramètre	Valeur	Source
E	3100 ± 200 MPa	Essai expérimental et données de [Bonnafous, 2010]
ν	0,39	Donnée de [Bonnafous, 2010]
ε_0	4,84%	Essai expérimental

Tableau 3.1 - Paramètres utilisés pour modéliser la résine seule.

Domaine plastique

La modélisation numérique de l'équation qui définit le comportement plastique exige de fournir les valeurs de déformation plastique pour différentes valeurs de contrainte jusqu'à la rupture du matériau. Pour cela, les valeurs des déformations plastiques de plusieurs points de la courbe contrainte-déformation (Figure 3.2) ont été déterminées. Un tableau avec ces valeurs est présenté dans l'Annexe II.

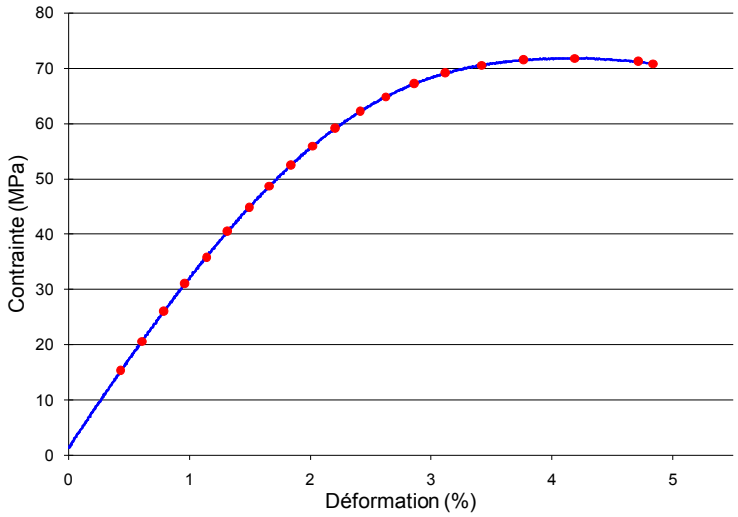


Figure 3.2 - Points utilisés pour modéliser la loi de comportement dans le domaine plastique.

I.2 Le fil de chanvre

Dans cette section, on s'intéresse au comportement en traction des fils de chanvre seuls. Jusqu'à présent, dans la littérature, seuls des fils secs ont été testés. Cependant, au sein du matériau composite, le fil, qui comporte naturellement une grande proportion de vides, est imprégné de résine. Des essais sur fils imprégnés ont donc été conçus et développés, et les résultats seront comparés à ceux obtenus sur fils secs.

I.2.1 Préparation des échantillons

Fils secs

Ce sont des fils de chaîne extraits du tissu de fils de chanvre non traité. Les éprouvettes sont des portions de fil de 35 mm de longueur. Des talons en composite à fibres de verre sont collés à chaque extrémité, en laissant une zone utile de 15 mm (Figure 3.3). Ces éprouvettes seront nommées FA (fil A). Le diamètre extérieur moyen de chaque fil a été mesuré sous microscope.

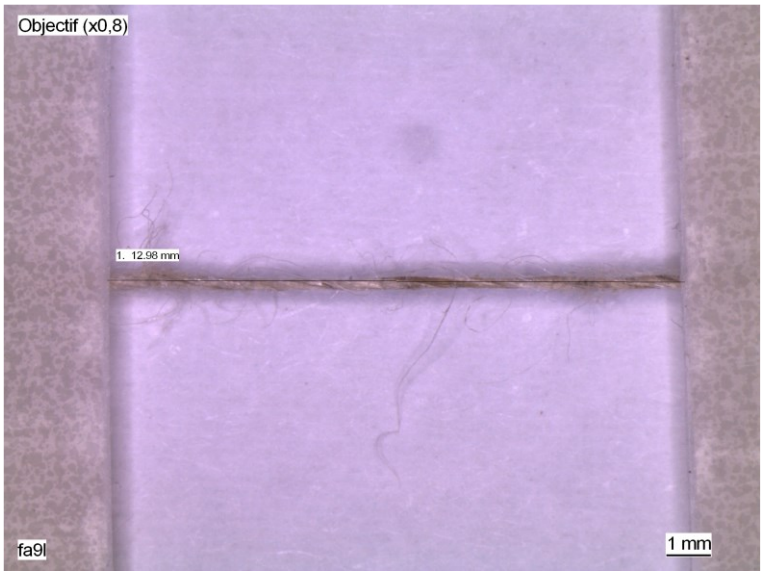


Figure 3.3 -Exemple d'éprouvette de fil de fibres de chanvre sec.

Fil imprégné de résine époxy

Procédé d'imprégnation :

Des échantillons de fil de chanvre (~150 mm de longueur) ont été immergés dans un mélange de résine et de durcisseur époxy pour enrobage, EPOFIX de chez Struers (15 parts de résine pour 2 parts de durcisseur). Ces échantillons ont réticulé pendant 24 heures à température ambiante, tendus avec des pinces accrochées aux extrémités inférieures pour effectuer une pré traction (0,81±0,05 MPa), afin

de maintenir les fils droits (Figure 3.4). Ensuite, les échantillons ont été coupés à une longueur de 35mm comme celle des fils secs. Ces éprouvettes seront appelées FB (fil B).

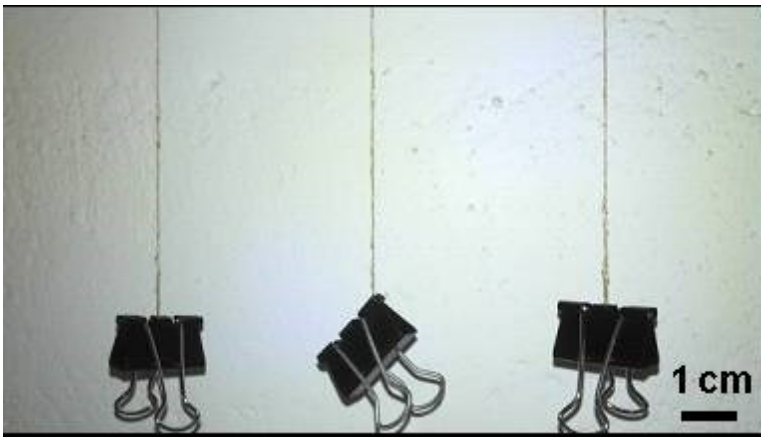


Figure 3.4 - Fils imprégnés de résine, tendus, lors de la réticulation à l'ambiante.

Diamètre des fils

Le diamètre extérieur moyen de chaque échantillon de fil a été mesuré à partir d'observation au microscope optique avec un objectif de 6x, qui donne une résolution de 1,1 µm/pixel (Figure 3.5).



Figure 3.5 - Mesure du diamètre extérieur moyen d'un fil de chanvre imprégné.

I.2.2 Essais de traction réalisés

On a fait des essais de traction quasi-statiques à vitesse de déplacement de traverse de 0,5 mm/min. Des essais de chargements répétés progressifs (CRP) ont également été réalisés à la même vitesse de

déplacement et avec des incréments du niveau de charge de 5N par cycle. La déformation a été mesurée par le déplacement de la traverse mobile.

La contrainte a été déterminée à partir de la section transverse utile de chaque fil. En effet, comme on l'a vu dans la section I.1 de la PARTIE 2, les fils de chanvre sont formés de fibres torsadées en spirale, ce qui crée des espaces vides entre les fibres. Ces espaces vides ont été mesurés par Bonnafous [Bonnafous, 2010] et représentent en moyenne 50% de la surface de la section transversale du fil. Dans cette étude, la contrainte vraie sur le fil est donc calculée par rapport à la surface occupée par des fibres, considérée comme étant égale à 50% de la surface totale de la section extérieure moyenne du fil, et appelée « section transverse utile » du fil. Dans le fil imprégné, ces espaces vides sont remplis par la résine, mais l'influence du module d'Young de la résine d'enrobage (~0,2 GPa) est négligeable par rapport au module d'Young du fil (~25 GPa). Pour les fils imprégnés, on calculera donc également la contrainte à partir de la section transverse utile.

Quelques tests de traction ont été suivis par une caméra très rapide, de type FASTCAM SA5 de chez Photron. Ces essais ont été réalisés avec A. Claverie, du département D2 de l'Institut Pprime.

Les enregistrements ont été réalisés sur des images de 1024 pixels x 1000 pixels avec un objectif de 105 mm et une rallonge de 12 mm, ce qui donne pour une éprouvette de 15 mm une résolution de 17,95 µm/pixel (Figure 3.6).



Figure 3.6 - Mise en place expérimentale des essais de traction sur des fils de chanvre, suivis par caméra rapide.

Dans le tableau 3.2, on présente les essais réalisés pour chaque échantillon, avec le type de pilotage, le nombre d'images prises par seconde et le temps d'exposition de chaque image.

Échantillon	Pilotage	Image/s	Exposition (s)
FA1	0,5 mm/min	-	-
FA2	10 N/s	-	-
FA3	5 N/s	10000	1/10000
FA4	10 N/s	10000	1/10000
FA5	5 N/s	10000	1/10000
FA6	0,5 mm/min	10000	1/10000
FA7	0,5 mm/min	-	-
FA8	CRP 0,5 mm/min	-	-
FA9	CRP 0,5 mm/min	-	-
FB1	0,5 mm/min	10000	1/10000
FB2	5 N/s	10000	1/10000
FB3	5 N/s	20000	1/20000
FB4	0,5 mm/min	20000	1/20000
FB7	0,5 mm/min	-	-
FB5	CRP 0,5 mm/min	-	-
FB6	CRP 0,5 mm/min	-	-

Tableau 3.2 - Essais réalisés sur fil de chanvre sec (FA) ou imprégné (FB).

I.2.3 Loi de comportement en traction des fils de chanvre

La figure 3.7 et la figure 3.8 montrent les courbes de contrainte-déformation pour les éprouvettes de fil sec et imprégné, respectivement. Pour les deux types de fils, on observe la dispersion importante des résultats, ce qui est une caractéristique des matériaux d'origine végétale. Le comportement des fils secs présente un raidissement initial non linéaire, probablement dû au réalignement des fibres, et ensuite, ce comportement devient linéaire jusqu'à la rupture. On voit aussi que la rupture n'est pas brutale, un endommagement commence à apparaître avant la rupture finale du fil. Quant aux fils imprégnés, ils présentent un comportement linéaire tout au long de l'essai et une rupture presque brutale à la fin.

Il faut noter que le fait que le raidissement initial n'est pas présent sur les fils imprégnés, n'est a priori pas dû à la pré-charge appliquée pendant la réticulation de la résine, car sa valeur (0,81±0,05 MPa) est négligeable par rapport au seuil de non linéarité observé sur les fils secs (~100 MPa).

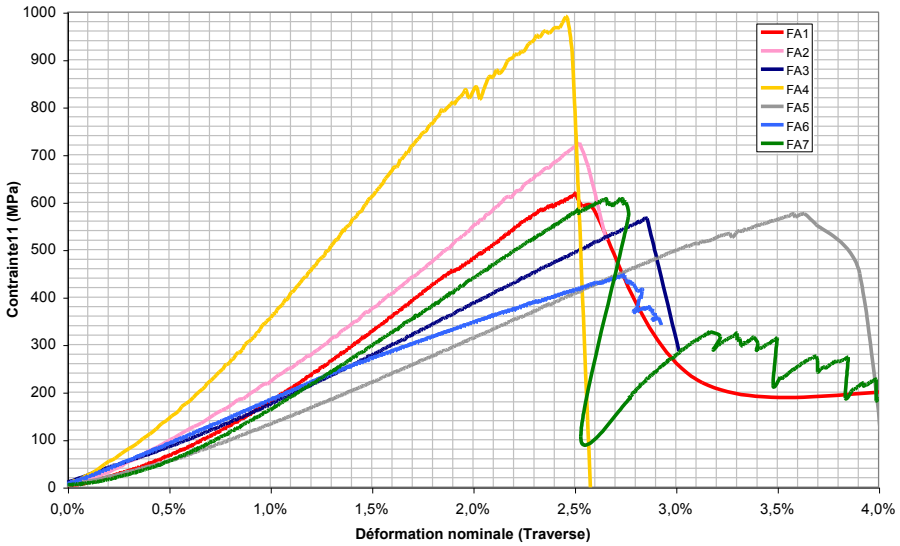


Figure 3.7 - Courbes de traction pour les fils secs.

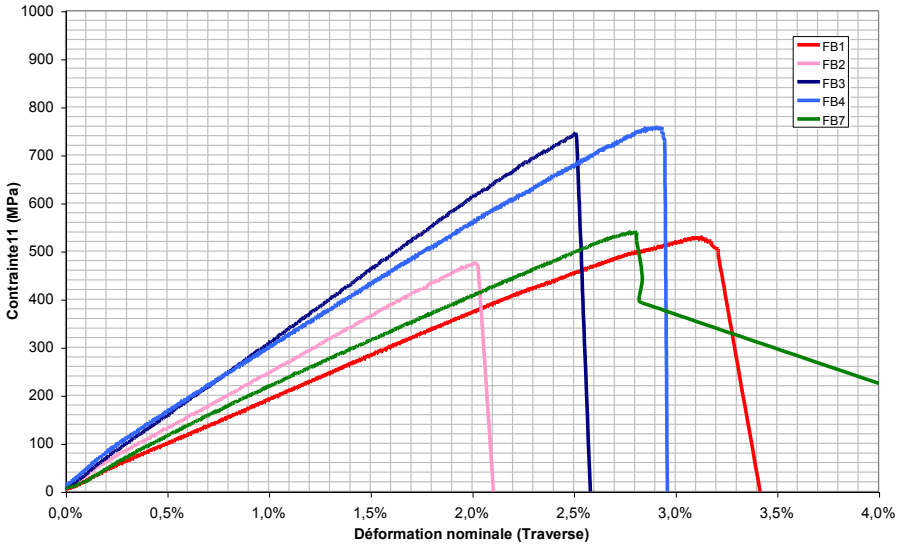


Figure 3.8 - Courbes de traction pour les fils imprégnés.

Les valeurs du module d'Young mesurées sur les fils imprégnés et sur la partie linéaire des fils secs sont voisines (Figure 3.9), avec une valeur de 23±3 GPa pour le fil imprégné et de 25±3 GPa pour le fil sec, pour les essais quasi-statiques. Les valeurs de la contrainte maximale ne présentent également pas de variation importante entre les deux types de fils (Figure 3.10) : 609±71 MPa pour le fil imprégné, et 558±65 MPa pour le fil sec.

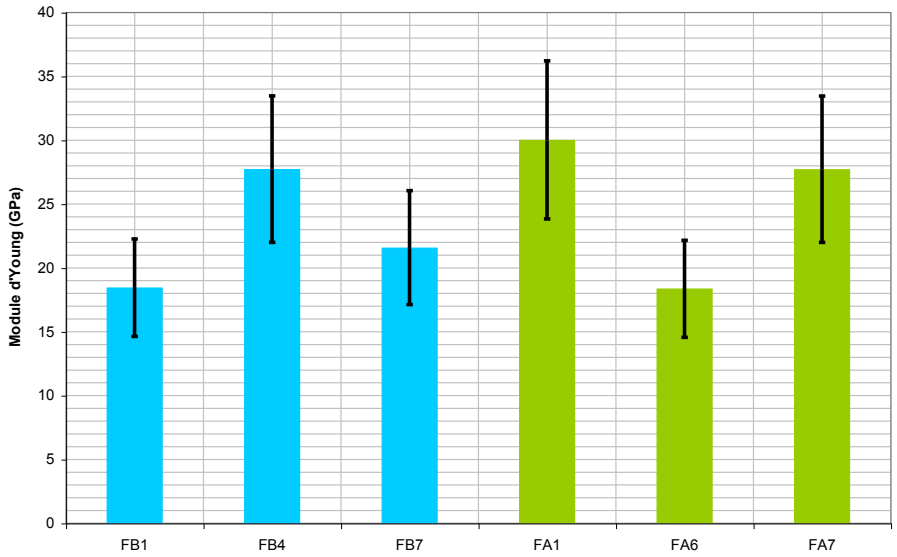


Figure 3.9 - Valeurs du module d'Young pour chaque échantillon de fil de chanvre : fils secs (FA) et fils imprégnés (FB). (Les barres d'erreur correspondent à l'incertitude du module d'Young de chaque éprouvette, principalement due à la mesure du diamètre extérieur moyen du fil).

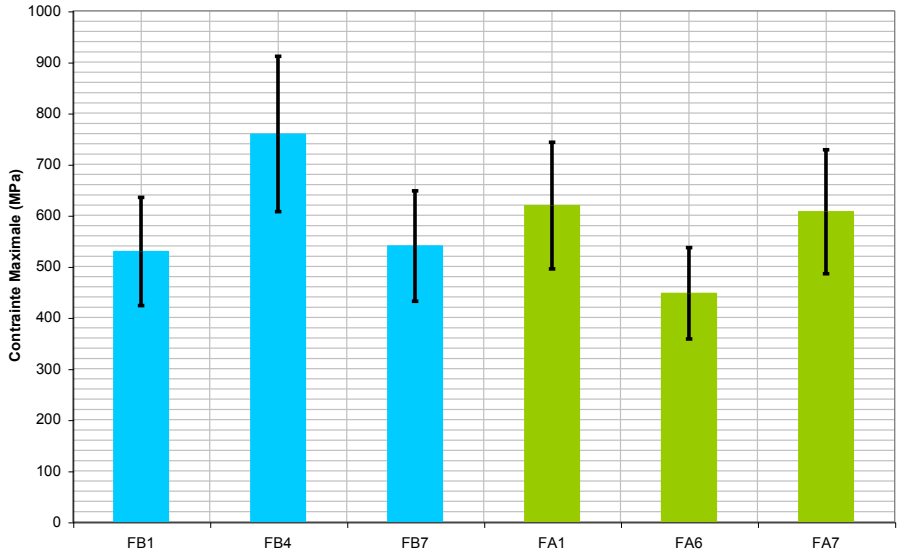


Figure 3.10 - Valeurs de contrainte maximale pour chaque échantillon de fil de chanvre : fils secs (FA) et fils imprégnés (FB).

I.2.4 Essais de chargements répétés progressifs (CRP)

Des essais de chargements répétés progressifs ont également été réalisés sur les fils secs et sur les fils imprégnés. Un exemple de courbe obtenue au cours des essais de CRP est présenté dans la figure 3.11. Pour chaque courbe, on a mesuré les modules sécants de chaque boucle, et aussi les déformations résiduelles.

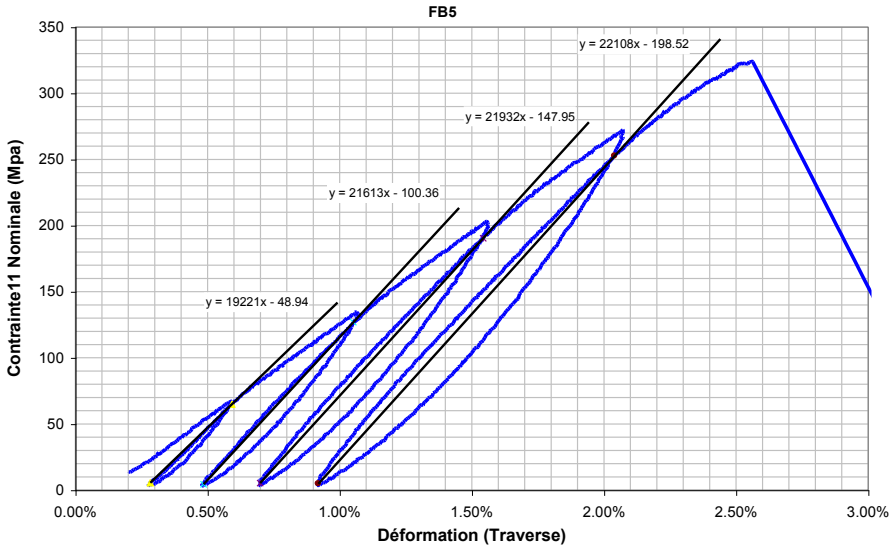


Figure 3.11 - Courbe de contrainte-déformation d'un essai CRP, avec mesures du module d'Young sécant pour chaque cycle, pour un fil de chanvre imprégné de résine (FB5).

Sur la figure 3.12, on représente le rapport entre le module sécant de chaque boucle et le module sécant de la première boucle. On voit que, malgré la dispersion, les deux types de fil, sec et imprégné, ont tendance à avoir une augmentation du module. On observe également que cette augmentation est moins importante pour le fil imprégné. Cela peut s'expliquer par le fait que cette augmentation est probablement due au réalignement des fibres selon l'axe de traction, phénomène qui est limité par la présence de la résine dans le fil imprégné.

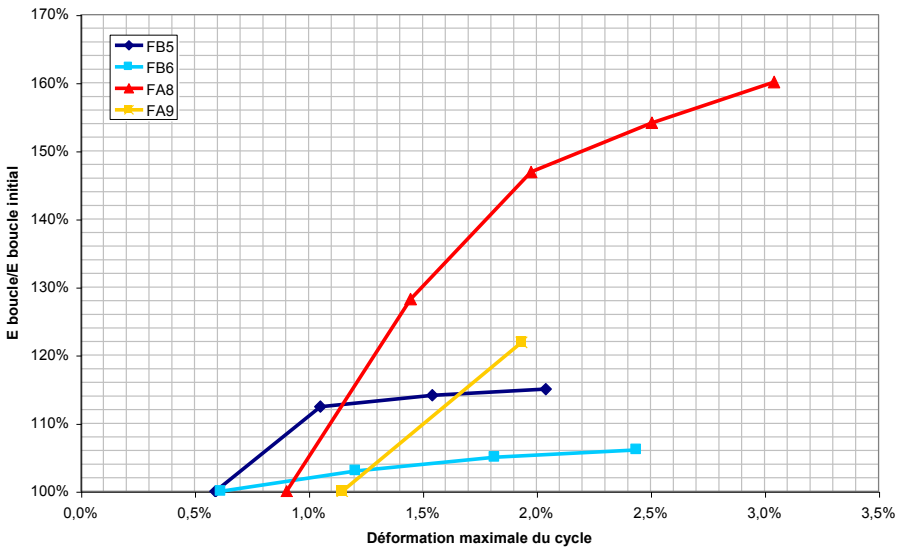


Figure 3.12 - Evolution du module sécant lors des essais de CRP pour les fils secs (FA) et imprégnés (FB).

Les déformations résiduelles mesurées pour chaque fil sont représentées par les courbes de la figure 3.13. Les résultats montrent que les déformations résiduelles augmentent linéairement avec la

déformation maximale de la boucle. De plus, on constate que ce comportement n'est pas affecté par l'imprégnation du fil par la résine.

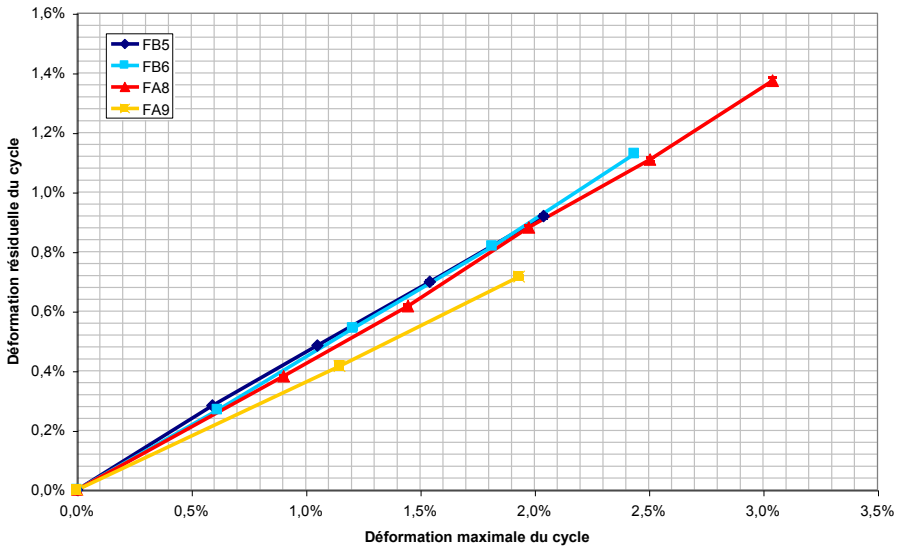


Figure 3.13 - Déformation résiduelle par rapport à la déformation maximale au cours des essais de CRP pour les fils secs (FA) et imprégnés (FB).

I.2.5 Suivi in-situ des modes de rupture

L'utilisation de la caméra rapide a permis de suivre in-situ, tout au long des essais de traction, le mode de rupture des fils secs et imprégnés. La figure 3.14 présente des séquences d'images permettant de mettre en évidence les différences de modes de rupture entre fils secs et fils imprégnés. On voit sur ces séquences d'images que le processus de rupture du fil sec est caractérisé par une première rupture des fibres extérieures, suivi par des ruptures des fibres intérieures et finit par le désentrelacement des fibres. Pour le fil imprégné, la rupture est soudaine et totale sur toute la section du fil, sans marque de rupture précoce. Ces observations expliquent les allures différents des courbes de contrainte-déformation obtenues pour les fils secs et imprégnés (Figure 3.7 et Figure 3.8).

(a) FA5 (b) FB3

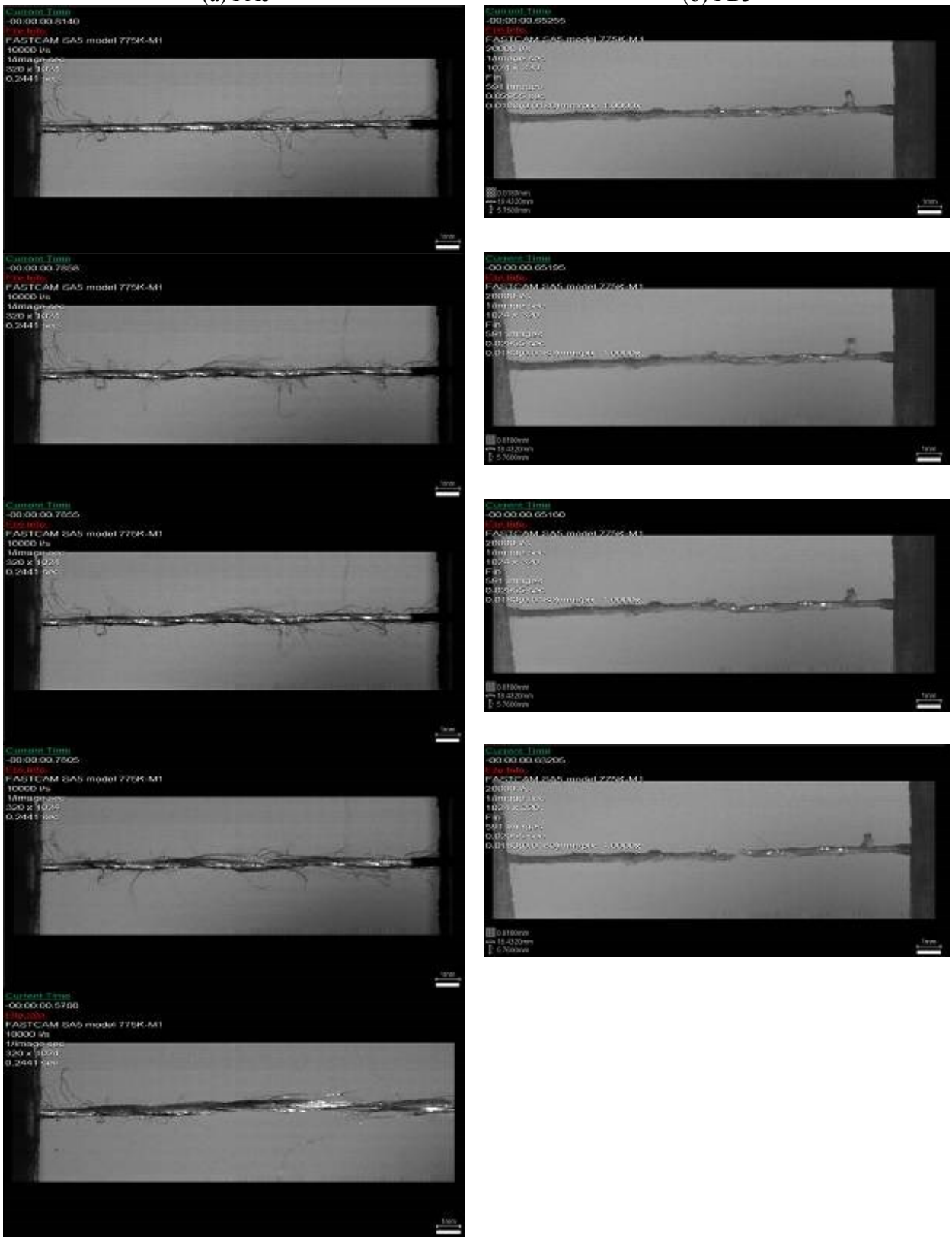
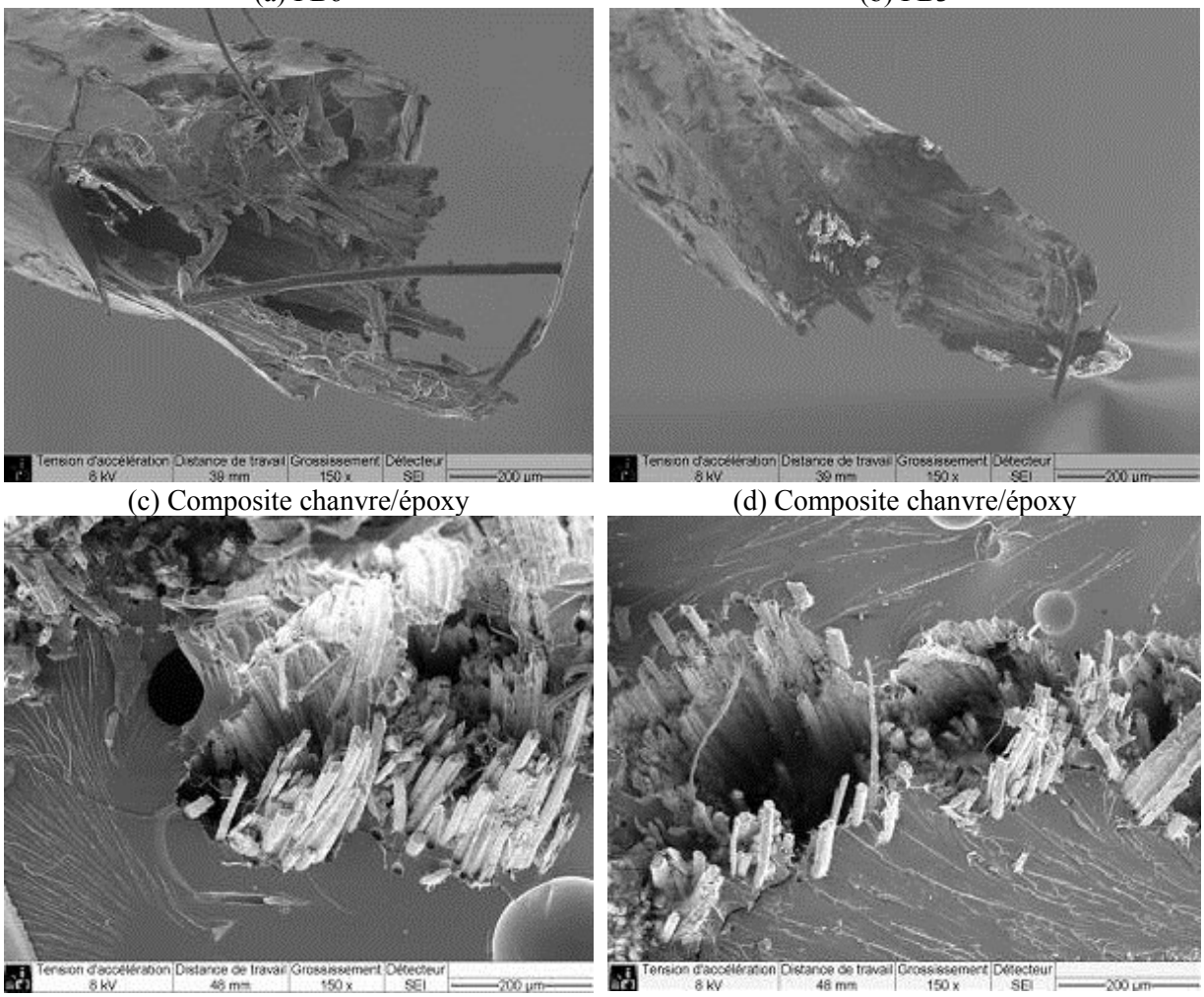


Figure 3.14 - Photos séquentielles de la rupture d'un fil sec (a) et d'un fil imprégné (b) réalisées par caméra haute vitesse.

I.2.6 Faciès de rupture des fils

Les observations réalisées au MEB (Figure 3.15) montrent la similarité entre les faciès de rupture des fils imprégnés et des fils dans le composite.

(a) FB6 (b) FB3



(c) Composite chanvre/époxy (d) Composite chanvre/époxy

Figure 3.15 - Observations au MEB des faciès de rupture de fils imprégnés (a) et (b), et de fils dans le composite chanvre/époxy rompus en traction (c) et (d).

I.2.7 Paramètres mécaniques pour le modèle numérique

L'ensemble de ces résultats tend à montrer que les éprouvettes de fils de chanvre imprégnés par la résine sont plus représentatives du comportement des fils dans le composite que les éprouvettes de fils secs. Pour le modèle par éléments finis, le comportement choisi est donc celui des fils imprégnés : un comportement orthotrope élastique linéaire, avec une dispersion des modules et des contraintes à rupture représentée par une loi normale. Les paramètres utilisés dans le modèle pour le fil sont regroupés dans le tableau 3.3.

Paramètre	Valeur	Source
E_1	23000 ± 3000 MPa	Résultat expérimental du fil imprégné
E_2	1264 ± 154 MPa	Donnée de [Bonnafous, 2010]]
G_{12}	788 ± 80 MPa	Donnée de [Bonnafous, 2010]]
v	0,234	Donnée de [Bonnafous, 2010]]
$\sigma_{0,1}$	601±79 MPa	Résultat expérimental du fil imprégné
$\sigma_{0,2}$	65±1 MPa	Donnée de [Bonnafous, 2010]]

Tableau 3.3 - Paramètres utilisés pour modéliser le fil seul.

Chapitre II Modèle par éléments finis du composite tissé

Le but est de développer un modèle simplifié, de taille raisonnable, basé sur les propriétés des constituants (fil et résine), prenant en compte la dispersion naturelle des propriétés des constituants, et capable de représenter les interactions entre fil et résine et les endommagements progressifs de l'interface fil/résine. Dans une première étape, ce modèle a été développé pour un composite tissé équilibré chanvre/époxy 0/90. Les calculs réalisés sont en traction quasi-statique. L'objectif à terme est de pouvoir utiliser ce modèle pour simuler le comportement en fatigue de ce matériau.

II.1 Quelques exemples dans la littérature

Les lois de comportement mécanique pour les matériaux composites présents dans les logiciels commerciaux d'éléments finis sont, généralement, pour des plis unidirectionnels. Ce type de pli possède une architecture relativement simple, qui permet l'élaboration de modèles optimisés et à bas coût de calcul. Ainsi, les modèles de composites à plis unidirectionnels en éléments finis sont utilisables pour la simulation de la fatigue, comme l'a fait, par exemple, Liang pour des composites à plis unidirectionnels de verre et de lin [Liang, 2012].

Les plis de renforts bidirectionnels tissés présentent une architecture complexe (Figure 3.16), où l'influence des fils dans la direction transverse sur les fils dans la direction longitudinale doit être prise en compte [Potluri et Thammandra, 2007]. Le développement de modèles numériques pour simuler ce type de renfort est séparé en deux stratégies principales. La première est l'homogénéisation mathématique de ce type de pli. Cette technique présente des bons résultats à l'échelle macroscopique, comme présentés dans les travaux de [Van Paepegem et Degrieck, 2002b ; Xue et al., 2005 ; Ivanov et Tabiei, 2001]. Cependant, l'homogénéisation, généralement, ne simule pas les particularités de la structure des renforts tissés comme les champs de déformation hétérogènes et les interactions de l'interface fil/matrice au niveau du pli. Ainsi, la deuxième stratégie est la modélisation de la microstructure du tissu.

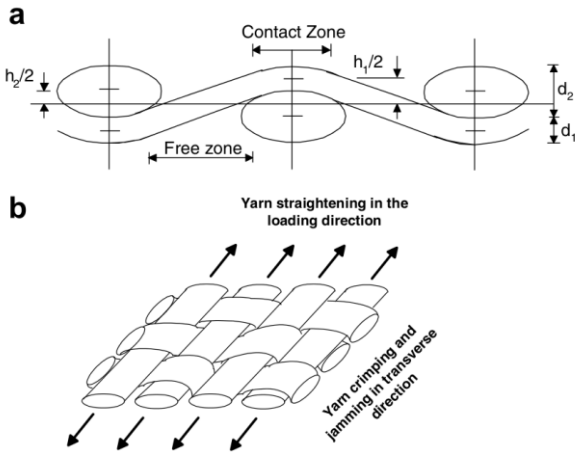


Figure 3.16 – Schéma représentatif des interactions entre fils longitudinaux et transversaux d'un renfort tissé [Potluri et Thammandra, 2007].

La modélisation par éléments finis de la microstructure du pli à renfort tissé peut prendre en compte les interactions entre les fils longitudinaux et transversaux (comme le frottement et la pression de contact), et aussi les interactions du contact entre les fils et la résine, comme par exemple dans le modèle de [Potluri et Thammandra, 2007] (Figure 3.17). Toutefois, ce type de modélisation a un coût de calcul assez élevé, dû au nombre d'éléments finis nécessaires. A cause de cela, ce type de modèle est limité dans la dimension (normalement en volume élémentaire représentatif) et dans le type d'effort mécanique (limité aux petites déformations).

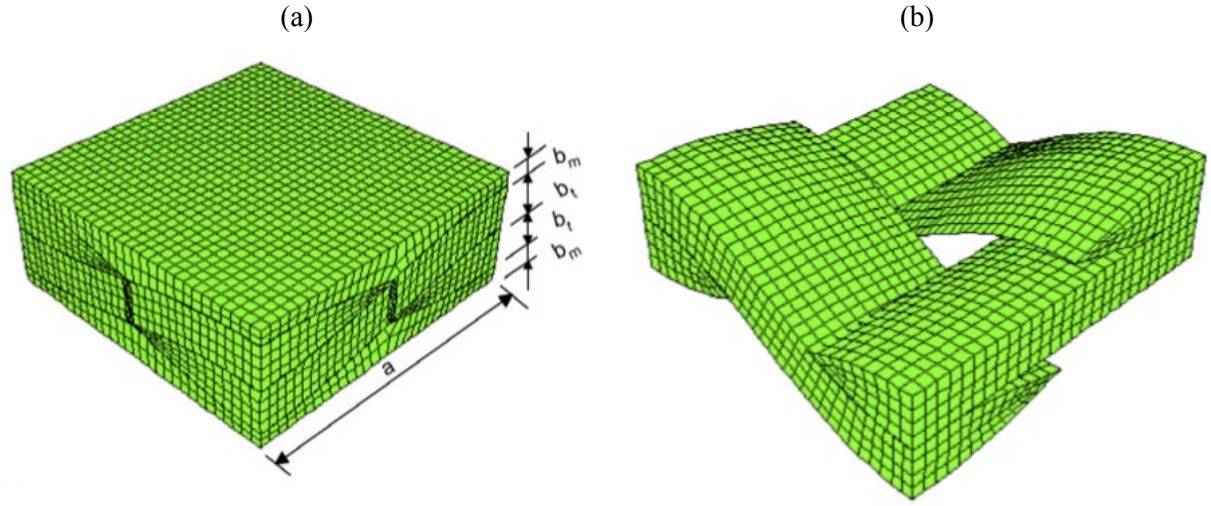


Figure 3.17 – Exemple de modélisation d'un pli de renfort tissé : (a) tissu et matrice ; (b) tissu seul [Potluri et Thammandra, 2007].

La stratégie utilisée pour le modèle proposé dans ce travail de thèse est d'utiliser un code d'éléments finis commercial et d'élaborer un modèle à bas coût de calcul mais de taille raisonnable, qui soit capable de simuler les hétérogénéités du matériau et des champs de déformation, et aussi

de représenter les interactions entre fil et résine et les endommagements progressifs de l'interface fil/résine, ce qui est une caractéristique importante de ce composite [Guillebaud-Bonnafous et al., 2012].

II.2 Géométrie et conditions aux limites

II.2.1 Géométrie

Le modèle est construit avec des éléments du type coque 3D. On a construit chaque fil de géométrie rectangulaire, avec une largeur de 0,408 mm et formé par 3 éléments dans sa largeur. Chaque toron du tissu est formé par 3 fils, et a donc une largeur totale de 1,224 mm et 9 éléments dans sa largeur. Le tissu (Figure 3.19a) est formé par 8 torons de fils de chaîne dans sa longueur (Figure 3.18a) et par 8 torons de fils de trame dans sa largeur (Figure 3.18b), avec un espace entre deux torons de la taille d'un toron, qui est occupé par la résine (Figure 3.19b). Cela fait une largeur totale de 19,6 mm pour l'éprouvette, ce qui correspond à peu près à la largeur réelle de l'éprouvette de composite. On utilise la même valeur pour la longueur (19,6 mm). On ne simule qu'un « pli » formé de résine et du tissu, d'une épaisseur de 0,408 mm, ce qui représente le diamètre d'un fil.

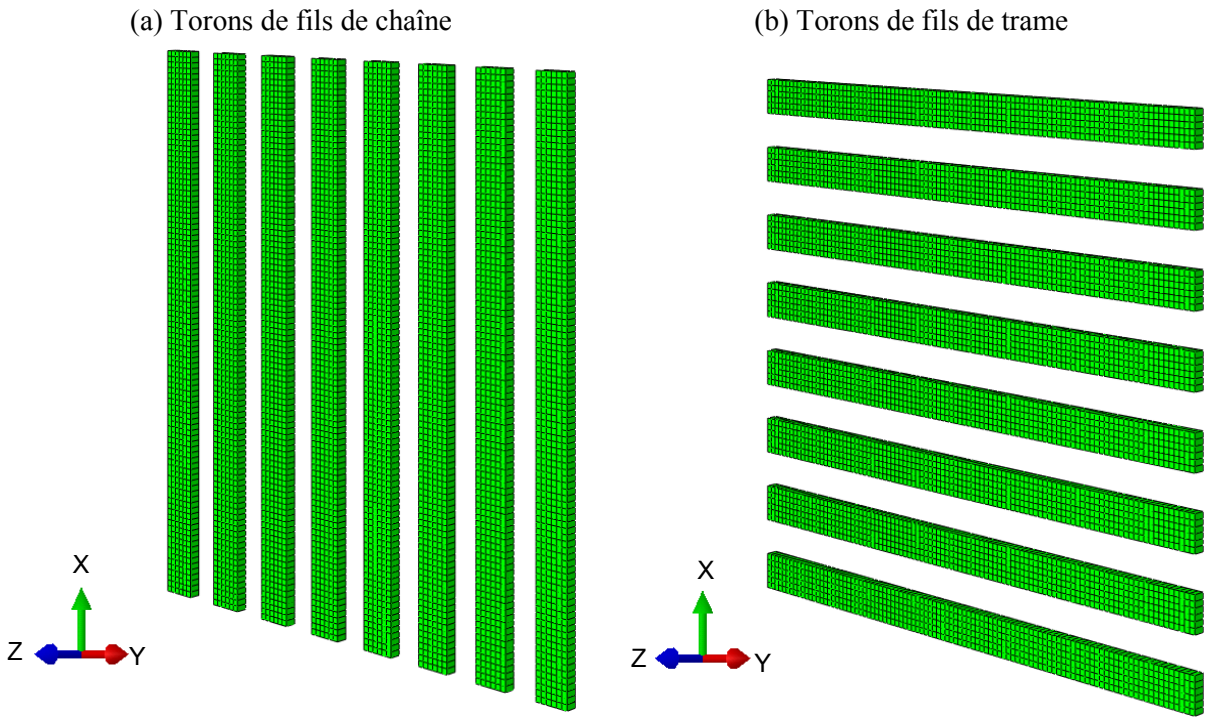


Figure 3.18 - Géométrie des torons de fils de chaîne (a) et trame (b) du modèle en éléments finis.

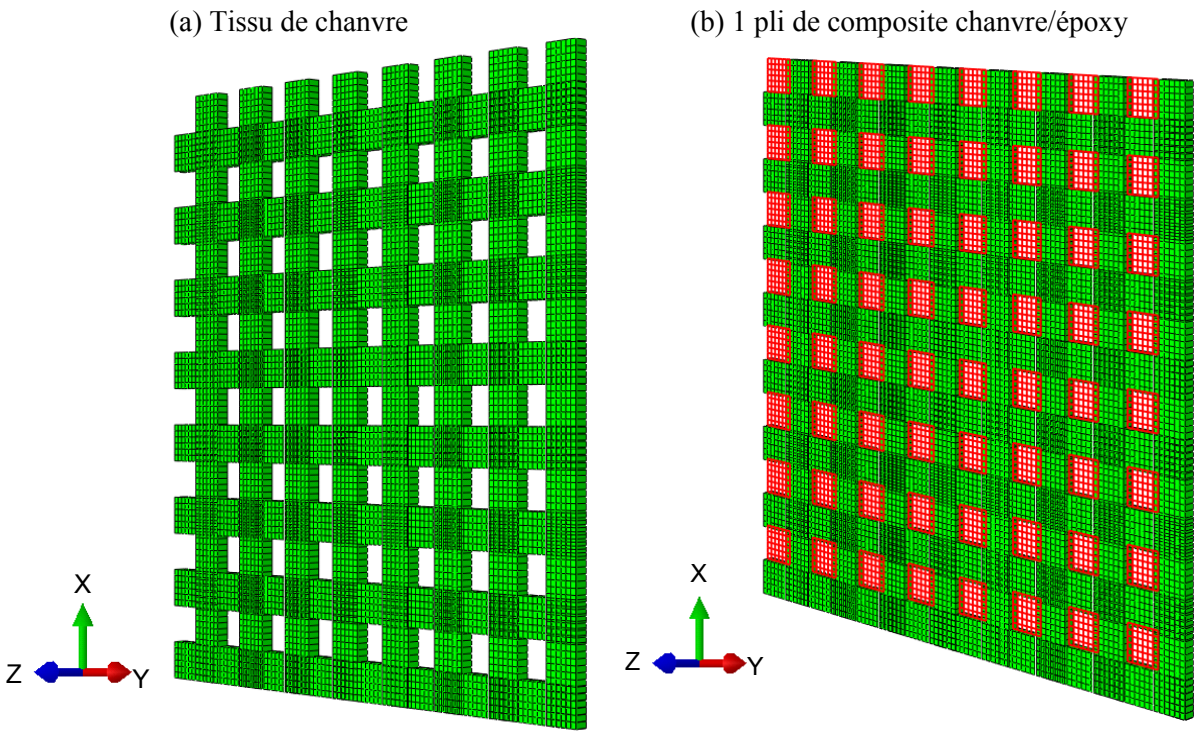


Figure 3.19 - Géométrie du tissu de chanvre (a) et du pli de composite chanvre/époxy (b) du modèle en éléments finis.

II.2.2 Chargement

Le chargement est modélisé par un déplacement en X, à une vitesse constante (0.5 mm/min), imposé sur les éléments des bords supérieurs des fils de chaîne. Sur les bords inférieurs des fils de chaîne, une condition de symétrie par rapport à l'axe X a été imposée : le déplacement $X = 0$; et pour les rotations $R_y = R_z = 0$.

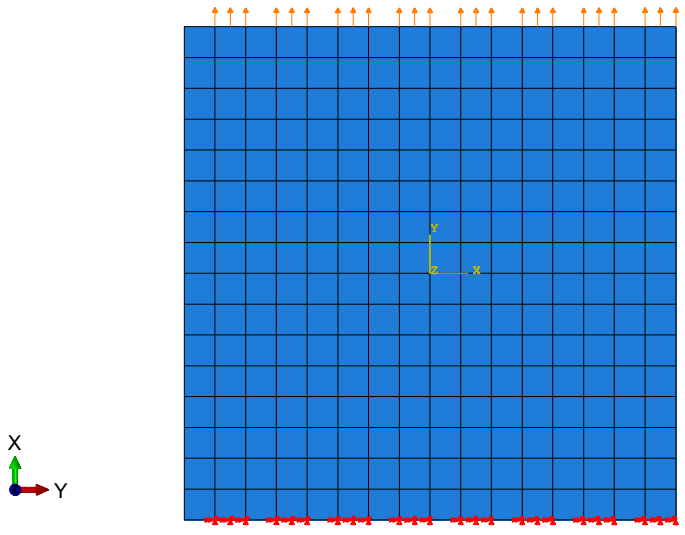


Figure 3.20 - Représentation du chargement et des conditions aux limites appliqués.

II.3 Propriétés matériaux utilisées

II.3.1 Fil

Les fils sont modélisés comme un matériau orthotrope élastique linéaire (type « Lamina »), avec les propriétés mécaniques listées dans le tableau 3.3. n modèle d'endommagement a été utilisé (« Hashin Damage »), basé sur les contraintes maximales longitudinale et transversale ($\sigma_{0,1}$ et $\sigma_{0,2}$). L'évolution de l'endommagement choisi est du type linéaire, et la valeur du paramètre de linéarité (« Energy ») utilisée est de 10, ce qui est faible pour pouvoir représenter une rupture presque soudaine du fil.

II.3.2 Résine

La résine est modélisée comme un matériau isotrope elasto-plastique, avec les propriétés mécaniques listées dans le Tableau 3.1. Un modèle d'endommagement pour matériaux ductiles a été utilisé (« Ductile Damage »). Ce modèle d'endommagement est basé sur la limite de déformation de la résine (ε_0) et un mode de rupture presque soudain a été utilisé (« Fracture energy = 5 »).

II.3.3 Contact fils de chaîne et fils de trame :

Le tissage des fils est modélisé par le croisement des géométries des fils de chaîne et de trame (Figure 3.19a), où les noeuds de chaque fil au croisement ont les propriétés d'interaction suivantes :

→ Interaction tangentielle : frottement (μ = 0,5)

→ Interaction cohésive : Knn = Kss = Ktt = 10000

→ Endommagement: max stress = 150 ± 50 MPa

Évolution: énergie = 10

Stabilisation : 0,01

II.3.4 Contact fil et résine

L'interaction de chaque carré de résine avec les fils autour a été modélisée par :

→ Interaction normale : hard contact

→ Interaction tangentielle : frottement (μ = 0,5)

→ Interaction cohésive : Knn = Kss = Ktt = 1000

→ Endommagement: max stress = 3 ± 2 MPa

Évolution: énergie = 10

Stabilisation : 0,01

Ces valeurs de paramètres ont été choisies de façon à ce que l'interface fil/résine soit relativement faible, par rapport aux propriétés des matériaux.

II.3.5 Dispersion des propriétés

Pour simuler la dispersion des propriétés mécaniques, une variable (*FV1*) est utilisée. Pour chaque élément fini du modèle, la valeur de la variable *FV1* est définie par une fonction aléatoire, dans le pas initial du calcul. Cette valeur peut varier entre 0 et 1 et sa dispersion suit une loi normale.

Ensuite, cette variable est utilisée pour définir la valeur des propriétés de chaque élément, dans l'intervalle de dispersion, comme expliqué dans l'exemple suivant : La valeur du module d'Young longitudinal du fil est dans le domaine 23000 ± 3000 MPa, ce qui signifie que cette valeur varie entre 20000 MPa et 26000 MPa. Pour chaque élément *j*, la valeur du module d'Young longitudinal est donc attribuée par l'équation 3.1 :

$$E_{1j} = 20000 + FV1_j.6000 \qquad \text{Équation 3.1}$$

De cette façon, la valeur du module d'Young longitudinal de chaque élément du fil est comprise dans la dispersion déterminée. Et la même logique est utilisée pour attribuer la valeur de chaque propriété qui présente une dispersion expérimentale.

Dans la figure 3.21, est présenté un exemple de la distribution de la variable aléatoire *FV1*.

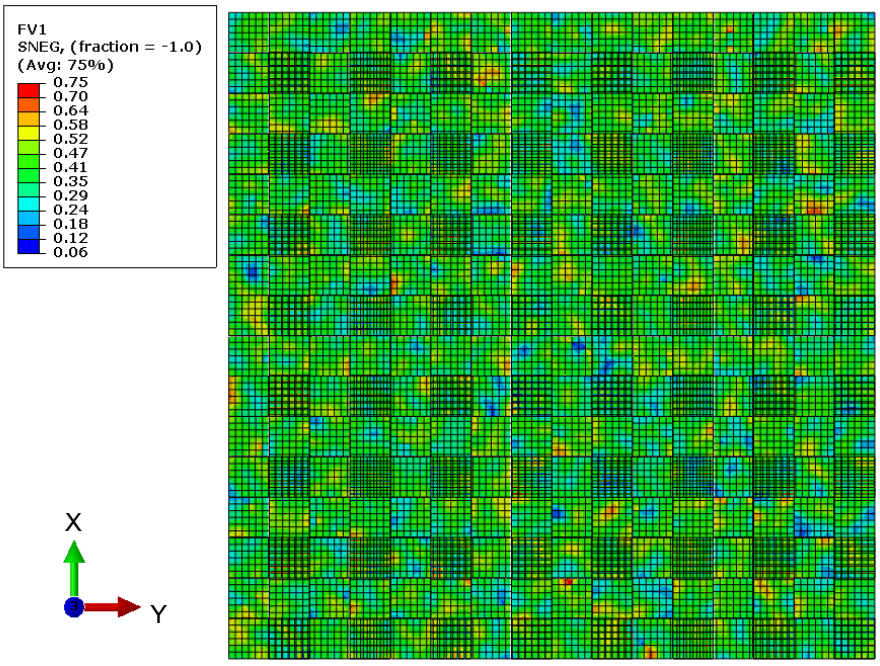


Figure 3.21 – Distribution de la variable aléatoire *FV1*.

II.4 Premiers résultats

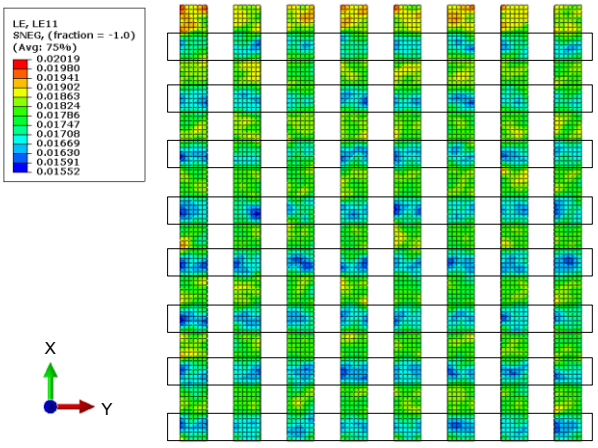
Nous présentons les premiers résultats obtenus pour une simulation d'essai de traction monotone jusqu'à rupture du pli.

II.4.1 Champs de déformation

La figure 3.22, la figure 3.23 et la figure 3.24 présentent les champs de déformations sur les torons de fils de chaîne et trame, pour une déformation globale dans la direction de traction X d'environ 1,7%. Dans la figure 3.22, sont représentées les déformations longitudinales (ε_{xx}) (a) et transversales (ε_{yy}) (b) sur les torons de fils de chaîne. Dans la figure 3.23, sont représentées les déformations transversales (ε_{xx}) (a) et longitudinales (ε_{yy}) (b) sur les torons de fils de trame. Dans la figure 3.24, sont représentées les déformations de cisaillement (ε_{xy}) sur les torons de fils de chaîne (a) et de trame (b). Ces figures montrent que le modèle est capable de représenter les variations des déformations dues au croisement des fils de trame et de chaîne. De plus, il est possible de noter les dispersions de ces champs de déformations, qui sont dues aux dispersions des propriétés mécaniques utilisées.

Le modèle permet également de suivre les champs de déformation dans la résine entre les torons. La figure 3.25 présente par exemple les déformations ε_{xx} (a) et ε_{yy} (b) dans la résine.

(a) Déformation ε_{xx} - fils de chaîne



(b) Déformation ε_{yy} - fils de chaîne

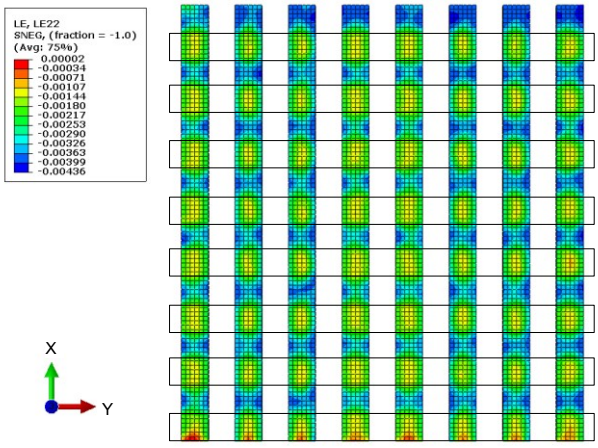


Figure 3.22 - Champs des déformations ε_{xx} (a) et ε_{yy} (b) dans les torons de fils de chaîne.

(a) Déformation ε_{xx} - fils de trame (b) Déformation ε_{yy} - fils de trame

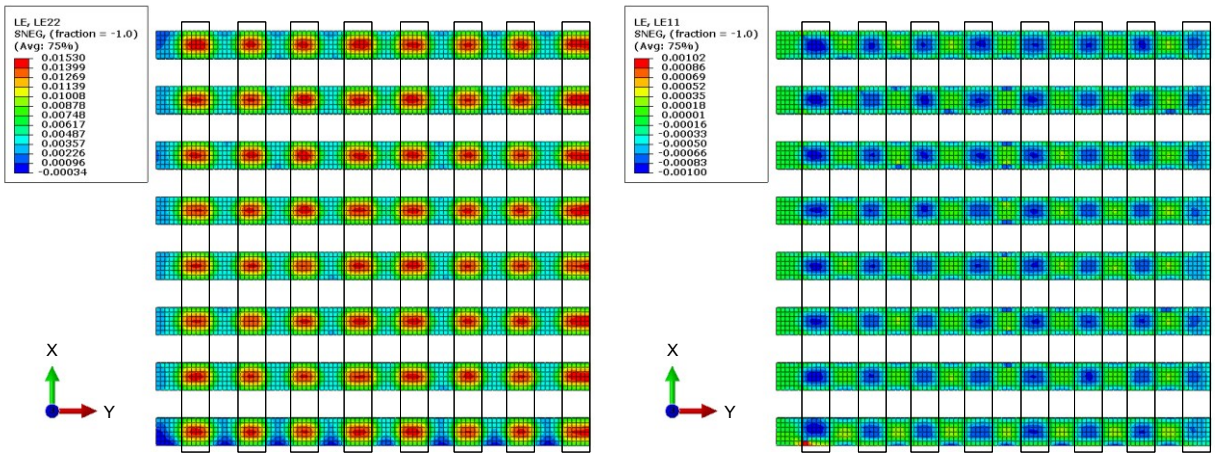


Figure 3.23 - Champs des déformations ε_{xx} (a) et ε_{yy} (b) dans les torons de fils de trame.

(a) Cisaillement - fils de chaîne (a) Cisaillement - fils de trame

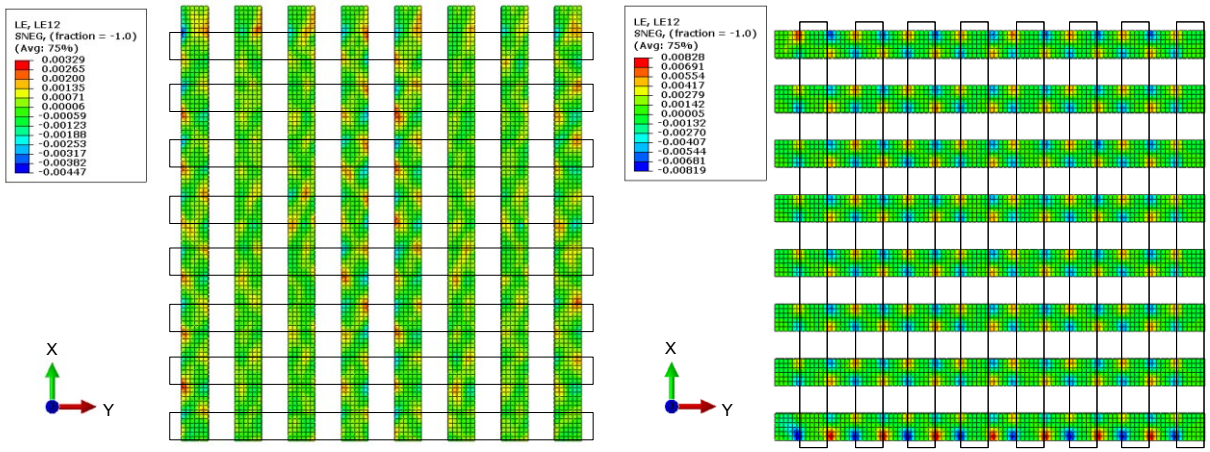


Figure 3.24 - Champs des déformations de cisaillement dans les torons de fils de chaîne (a) et de trame (b).

(a) Déformation ε_{xx} - résine (b) Déformation ε_{yy} - résine

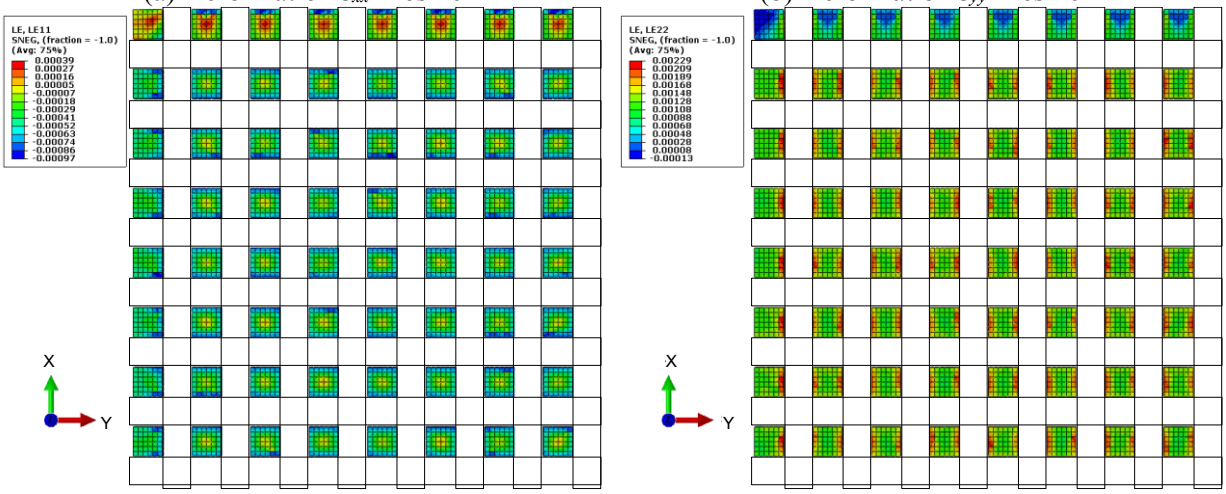


Figure 3.25 - Champs des déformations ε_{xx} (a) et ε_{yy} (b) dans la résine.

II.4.2 Endommagements

Endommagement progressif des fils

La figure 3.26 présente l'endommagement simulé par le modèle. Dans les trois premières images, nous représentons les valeurs de la variable d'endommagement des fils du début de l'endommagement du composite jusqu'à la rupture finale. Cette variable a la valeur 1 quand l'élément est complément endommagé. Cela montre que le modèle simule un endommagement dans différentes régions de différents torons de fils, de façon non-uniforme, grâce à la prise en compte de la dispersion des propriétés des matériaux. Dans la quatrième figure, nous représentons les valeurs de la contrainte de Von Mises dans les éléments du composite, où on peut noter qu'il y a une relaxation des torons endommagés.

On distingue également des lignes blanches réparties dans le composite. Ces lignes correspondent à des interfaces fil/résine endommagées.

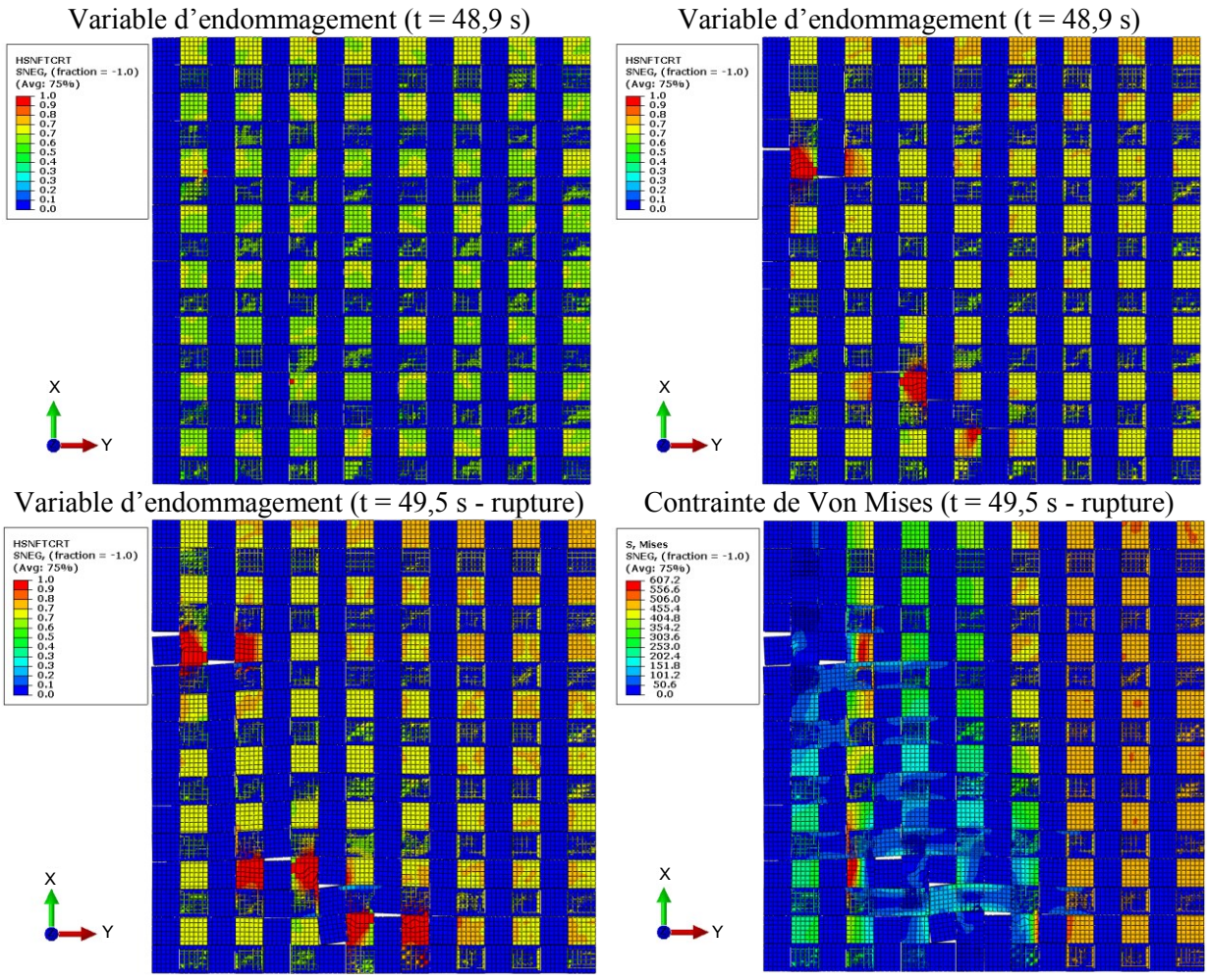


Figure 3.26 – Evolution progressive de l'endommagement des fils simulé par le modèle.

Endommagement des interfaces fil/résine

La figure 3.27 et la figure 3.28 présentent la chronologie de l'évolution de l'endommagement des interfaces fil/résine jusqu'à la rupture du modèle de composite. Le code de couleur est le suivant : les lignes blues claires représentent l'interface fil/matrice, les carrés rouges représentent le contact fils de chaîne et fils de trame, et les zones bleues foncées correspondent au reste du composite. Sur la figure 3.27, on peut voir qu'il y a apparition d'une première fissure à l'interface fil/résine (disparition de la ligne bleue claire, cerclée en jeune pour faciliter la lecture des figures), dès l'instant t = 43,7s. On constate donc que cet endommagement d'interface débute avant l'endommagement des fils (à t = 48,9s, voir la figure 3.26), ce qui correspond aux observations expérimentales en quasi-statique. Puis, progressivement, le nombre de fissures à l'interface fil/résine augmente (figure 3.27 puis figure 3.28). Elles finissent par se concentrer dans une région, provoquant la rupture finale du composite (Figure 3.28, t = 49,6s).

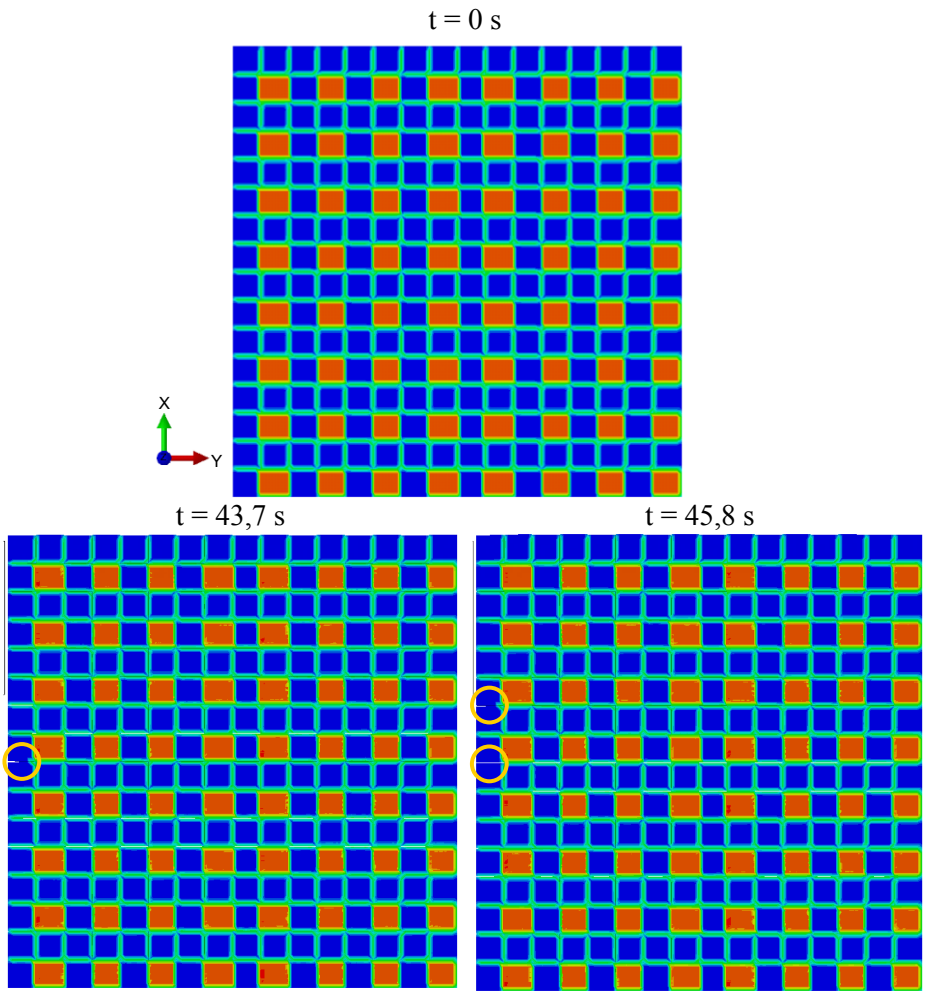


Figure 3.27 - Début de l'évolution de l'endommagement des interfaces fil/résine.

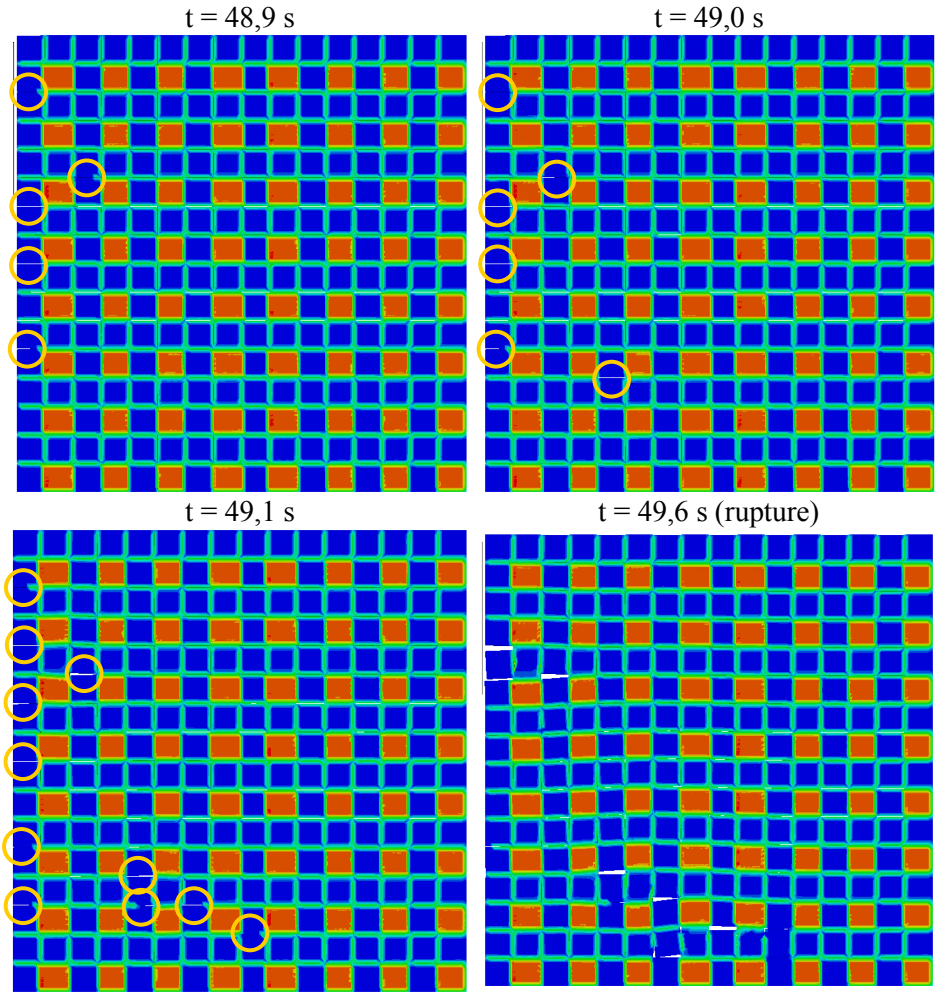


Figure 3.28 – Suite de l'évolution de l'endommagement des interfaces fil/résine (suite de la figure 3.27).

II.4.3 Courbe contrainte-déformation globale

La figure 3.29 représente les courbes globales de contrainte-déformation du composite pour deux simulations réalisées avec différentes valeurs des paramètres d'interaction entre les constituants. Cela montre qu'il est possible de gérer un comportement global qui se rapproche du comportement réel avec cette méthode de construction de modèle à partir des constituants du composite, en optimisant les paramètres d'interaction.

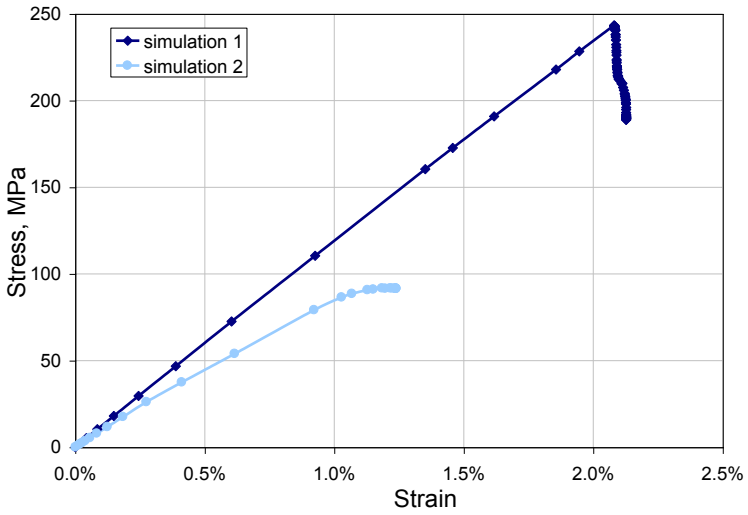


Figure 3.29 – Courbes contrainte/déformation globale du modèle pour deux simulations.

Ces premiers résultats obtenus avec ce modèle par éléments finis sont prometteurs et des travaux futurs seront conduits pour l'étendre au comportement en fatigue et également au composite complet avec 7 plis de tissu.

Chapitre III Comportement en traction quasi-statique du composite chanvre/époxy

Dans ce chapitre on étudie le comportement mécanique du composite chanvre/époxy en traction quasi-statique pour deux types d'orientation de renfort : 0°/90° et ±45° (orientation des fils de chaîne par rapport à l'axe de traction). Cela a comme finalité, d'une part d'obtenir des éléments de validation des résultats numériques, et d'autre part de déterminer les niveaux de charge qui seront appliqués lors des essais de fatigue.

III.1 Conditions d'essai

Les éprouvettes utilisées sont parallélépipédiques, de dimensions 150 mm x 20 mm x 3,1 mm (Figure 3.30). Ces éprouvettes sont notées $[0°/90°]_7$ et $[\pm45°]_7$ (selon l'orientation du renfort).

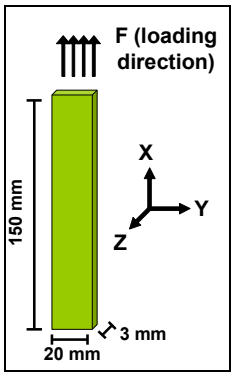


Figure 3.30 - Géométrie des éprouvettes de composite chanvre/époxy.

Les essais de traction quasi-statique ont été réalisés avec la machine INSTRON 4505, à une vitesse de déplacement de la traverse constante de 0,5 mm/min. Les éprouvettes ont été placées entre les mors de la machine, en laissant une zone utile de 90 mm. La déformation macroscopique des éprouvettes a été mesurée avec un extensomètre à couteau.

III.2 Mesures par corrélation d'images des champs de déformation

La technique de corrélation d'images a été employée pour réaliser une analyse de champ de déformation sur la surface des composites chanvre/époxy $[0/90]_7$ et $[\pm45]_7$ au cours des essais de traction quasi-statique. Cette étude a été réalisée dans le cadre du stage d'Amélie Perrier.

III.2.1 Champs de déformations d'une éprouvette $[0°/90°]_7$

Un essai de traction avec chargements répétés progressifs a été réalisé sur une éprouvette de composite tissé chanvre/époxy $[0/90]_7$. Des clichés du mouchetis déposés à la surface de l'éprouvette ont été enregistrés à chaque maximum et minimum des cycles. Ainsi, il est possible de déterminer les champs de déformations maximales (sous charge), et résiduelles (après décharge). La figure 3.31 présente la courbe contrainte-déformation correspondante. Dans les figures qui suivent, l'axe 1 correspond à la direction de traction (ε_{11} est la déformation longitudinale), et l'axe X correspond à la direction des fils de chaîne.

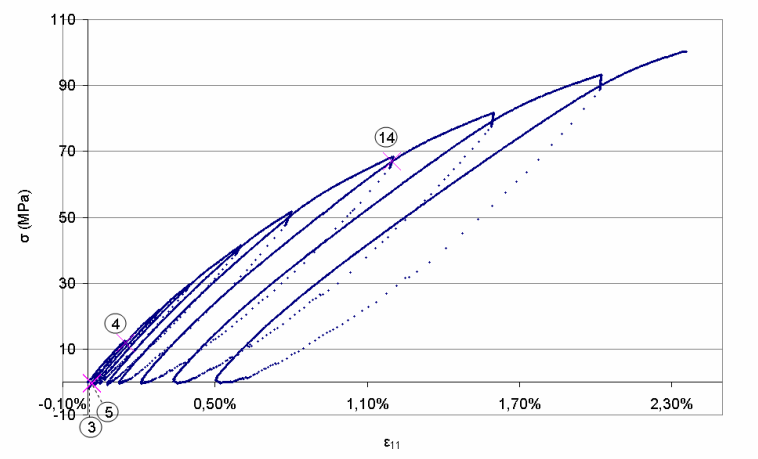


Figure 3.31 - Courbe contrainte/déformation en traction d'une éprouvette de composite chanvre/époxy $[0°/90°]_7$ avec numérotation des photos - déformation mesurée par extensomètre.

Seuls les résultats concernant les déformations maximales (sous charge) seront présentés dans la suite.

Cartographies des déformations

La figure 3.32 présente les cartographies des champs de déformations longitudinales (ε_{11}) mesurées sous différents niveaux de charge sur l'éprouvette de composite tissé chanvre/époxy $[0/90]_7$. La même échelle de couleur a été utilisée pour tous les niveaux de charge. La zone totale étudiée représente 10,6 mm x 7,1 mm, chaque sous-fenêtre de corrélation a une taille de 100 pixels de côté, avec un point de

mesure tous les 150 pixels. On observe que, pour les premiers niveaux de charge, le champ est relativement homogène. Ce résultat montre que, dans le domaine d'élasticité, les déformations sont homogènes à la surface du composite (c'est-à-dire dans l'écart de la sensibilité des mesures). Puis, au fur et à mesure que la contrainte appliquée croît, des hétérogénéités de déformation apparaissent. Il a été vérifié que la moyenne des déformations ε_{11} mesurées dans toute l'image correspondait à la déformation macroscopique mesurée par l'extensomètre.

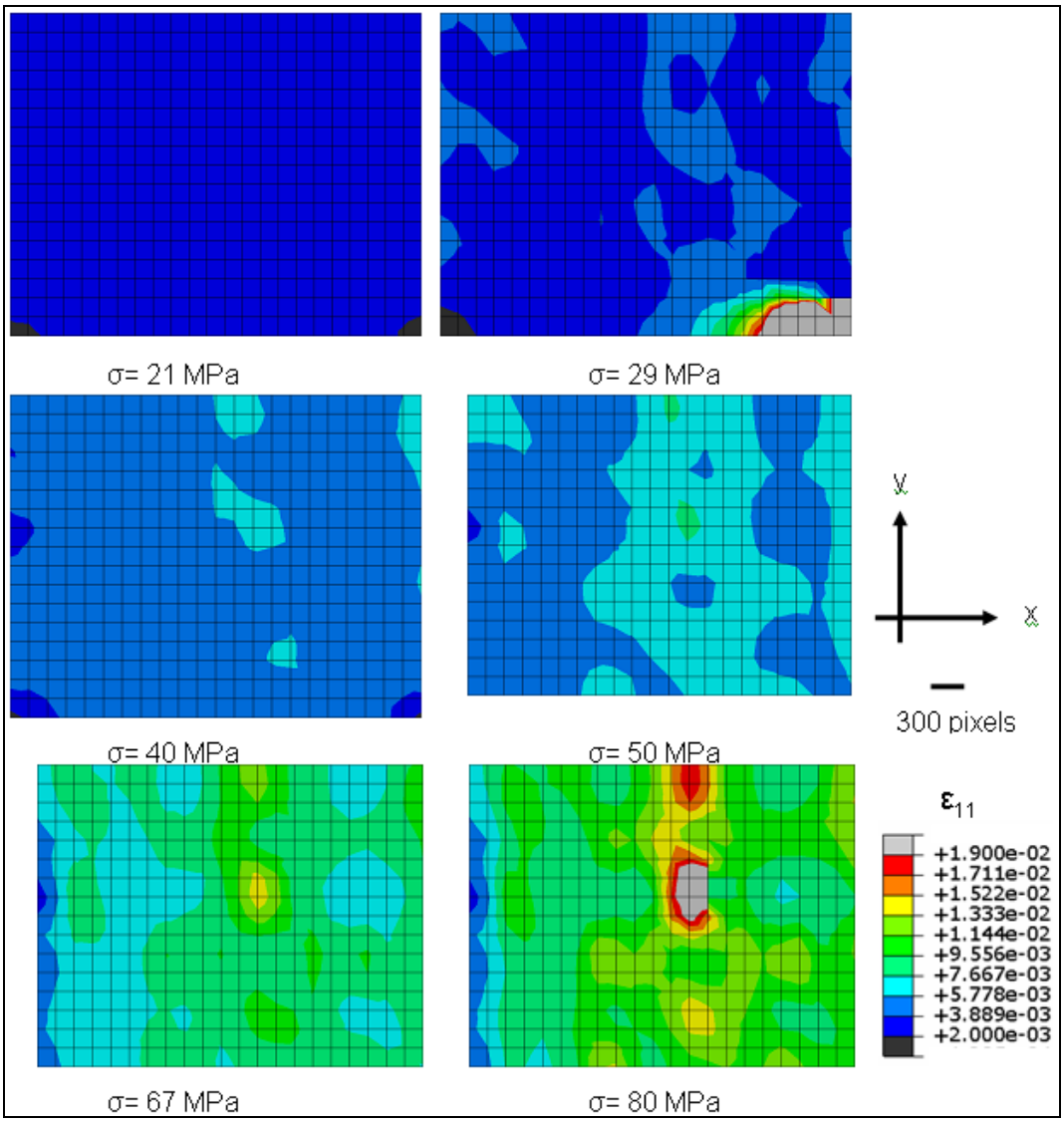


Figure 3.32 - Cartographies mesurées par corrélation d'images des champs de déformations longitudinales (ε_{11}) sous différents niveaux de charge sur l'éprouvette de composite tissé chanvre/époxy $[0/90]_7$ (traction dans la direction X=1).

La technique de corrélation d'images permet d'obtenir tous les champs de déformations planes. La figure 3.33 et la figure 3.34 présentent donc respectivement les cartographies des champs de déformations transverses (ε_{22}) et de cisaillement (ε_{12}) sous différents niveaux de charge sur l'éprouvette de composite tissé chanvre/époxy $[0/90]_7$.

Sur la figure 3.33 et la figure 3.34, on retrouve l'homogénéité initiale des déformations à la surface du composite, puis l'apparition et le développement des hétérogénéités, qui semblent correspondre au motif du tissu.

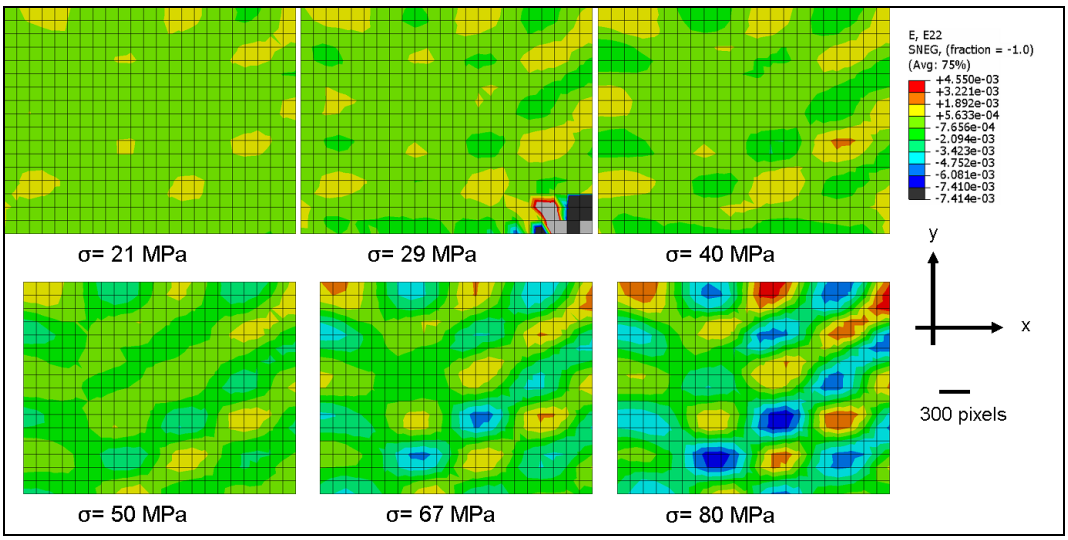


Figure 3.33 - Cartographies mesurées par corrélation d'images des champs de déformations transverses (ε_{22}) sous différents niveaux de charge sur l'éprouvette de composite tissé chanvre/époxy $[0/90]_7$ (traction dans la direction X=1).

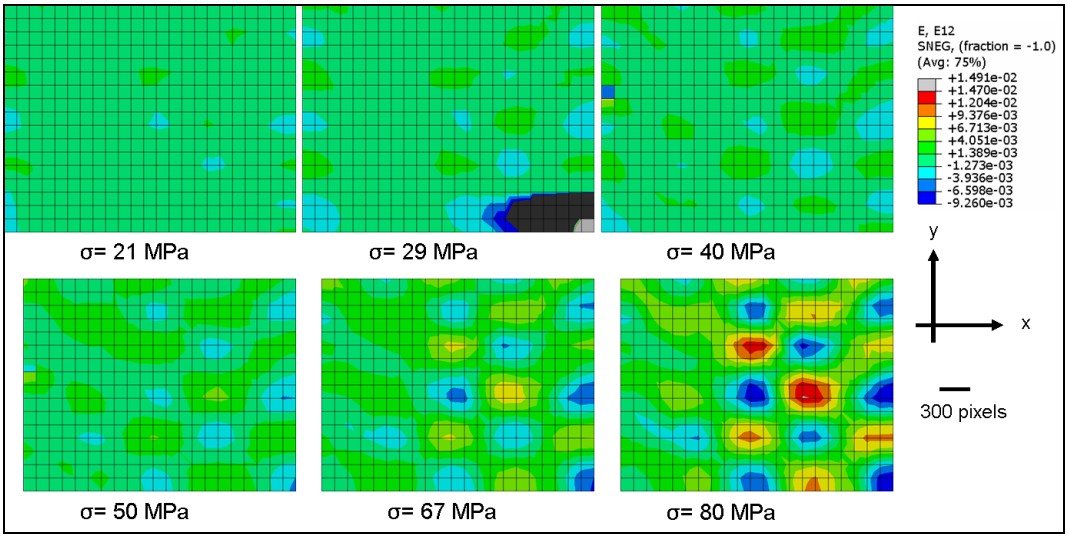


Figure 3.34 - Cartographies mesurées par corrélation d'images des champs de déformations de cisaillement (ε_{12}) sous différents niveaux de charge sur l'éprouvette de composite tissé chanvre/époxy $[0/90]_7$ (traction dans la direction X=1).

Lien avec la microstructure

Pour pouvoir réaliser une comparaison plus fine avec la microstructure du tissu, une image de la zone étudiée avait été enregistrée avant le dépôt du mouchetis. Il est ainsi possible de comparer directement les champs de déformations avec la microstructure du tissu. Par exemple, la figure 3.35

présente la comparaison du champ de déformation longitudinale (ε_{11}) mesuré sous une contrainte appliquée de 67 MPa avec la microstructure sous-jacente du tissu.

La figure 3.35 nous donne une idée qualitative de la répartition des zones de déformations minimales et maximales dans l'éprouvette tissée chanvre/époxy $[0°/90°]_7$. On voit que les déformations minimales apparaissent au niveau des fils de chaîne lorsqu'ils affleurent la surface et que les déformations maximales se situent sur les fils de trame.

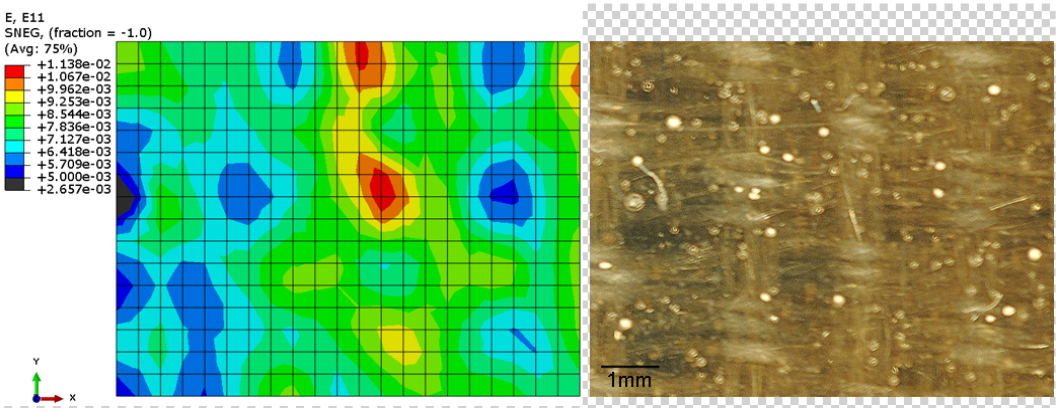


Figure 3.35 - Champ de déformation longitudinale ε_{11} sous une charge de 67 MPa mesuré par corrélation d'images sur un composite tissé chanvre/époxy $[0°/90°]_7$ et microstructure associée. Direction de traction et direction chaîne suivant x=1.

Pour pouvoir réaliser une analyse quantitative, les valeurs mesurées des déformations ont également été tracées le long de quatre lignes A, B, C et D (Figure 3.36), chacune placée au centre d'un toron. Les lignes A et B suivent deux torons dans la direction de la chaîne tandis que les lignes C et D suivent deux torons de trame. Dans chaque paire de lignes, la position du tissage alterne afin d'avoir au début d'une ligne soit la chaîne passant sous la trame, soit l'inverse.

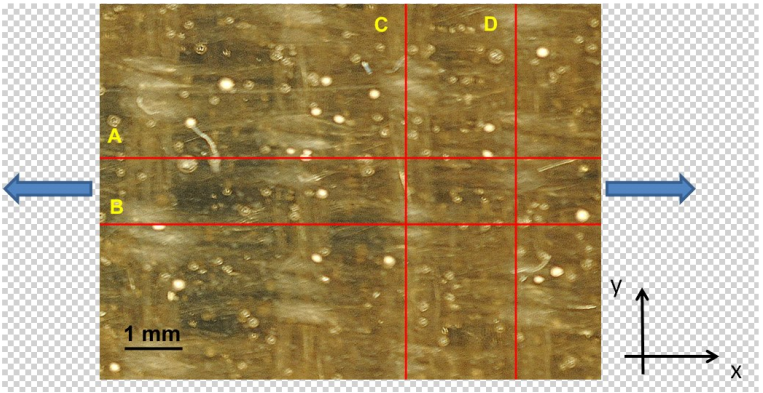


Figure 3.36 - Microstructure de la zone étudiée de l'éprouvette de composite tissé chanvre/époxy $[0°/90°]_7$: position des lignes de suivi de déformations. Les flèches représentent la direction de traction.

La figure 3.37 présente l'évolution selon la contrainte appliquée de la déformation longitudinale mesurée par corrélation d'images le long de la ligne A.

On voit sur la figure 3.37 que la déformation est maximale lorsque le fil de chaîne passe sous le fil de trame et minimale lorsque le fil de chaîne est en surface. Pour une contrainte appliquée de 67 MPa, la valeur de déformation la plus importante (2,13%) est supérieure à la moyenne des déformations sur l'ensemble de la zone étudiée de presque 90%. Cela démontre une forte hétérogénéité dans les valeurs de déformation entre les différentes zones de la microstructure. Pour chaque valeur de contrainte correspondant à chaque courbe, la légende indique l'équivalent en déformation macroscopique appliquée. Il faut noter que ces courbes sont obtenues directement avec les valeurs déterminées en chaque noeud ; aucun lissage ou traitement n'a été appliqué.

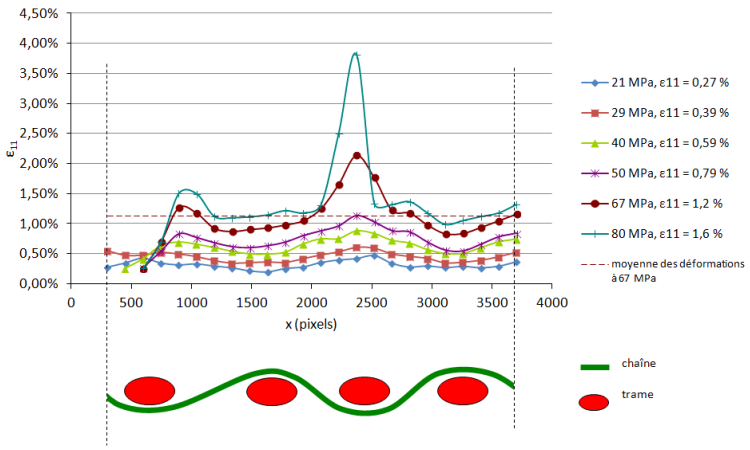


Figure 3.37 - Évolution selon la contrainte appliquée de la déformation longitudinale mesurée par corrélation d'images le long de la ligne A sur l'éprouvette de composite tissé chanvre/époxy $[0°/90°]_7$.

La figure 3.28 présente l'évolution selon la contrainte appliquée de la déformation longitudinale mesurée par corrélation d'images le long de la ligne B.

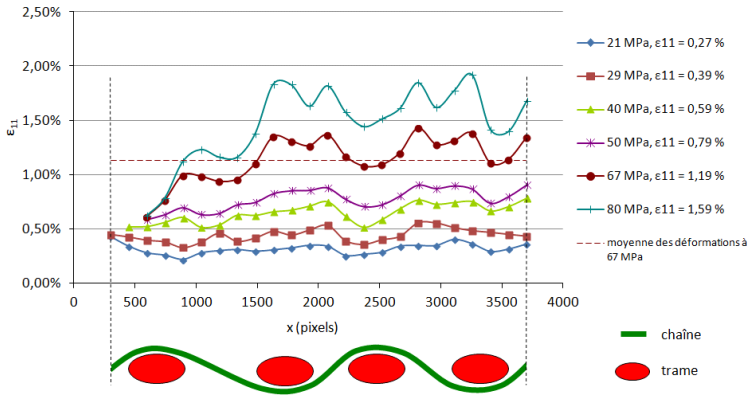


Figure 3.38 - Évolution selon la contrainte appliquée de la déformation longitudinale mesurée par corrélation d'images le long de la ligne B sur l'éprouvette de composite tissé chanvre/époxy $[0°/90°]_7$.

Si l'on compare la figure 3.37 et la figure 3.38, on constate que d'un toron de chaîne à l'autre, les déformations varient. Cela est peut-être lié à la variabilité naturelle des propriétés des fils de chanvre. On retrouve cette différence entre la figure 3.39 et la figure 3.40, qui représentent les déformations ε_{11} mesurées sur deux torons de trame (lignes C et D). Cependant, l'ensemble de ces courbes confirme le fait que les déformations longitudinales sont maximales lorsque le fil de chaîne passe sous le fil de trame et minimales lorsque le fil de chaîne est en surface. Cela peut s'expliquer par le fait que le module plus élevé des torons de fils de chanvre dans la direction de leur longueur que dans la direction de leur largeur.

Ces données expérimentales fines sur le comportement en traction du composite tissé chanvre/époxy $[0/90]_7$ vont nous permettre d'effectuer des comparaisons avec le modèle numérique, ce qui sera présenté dans la section III.3.

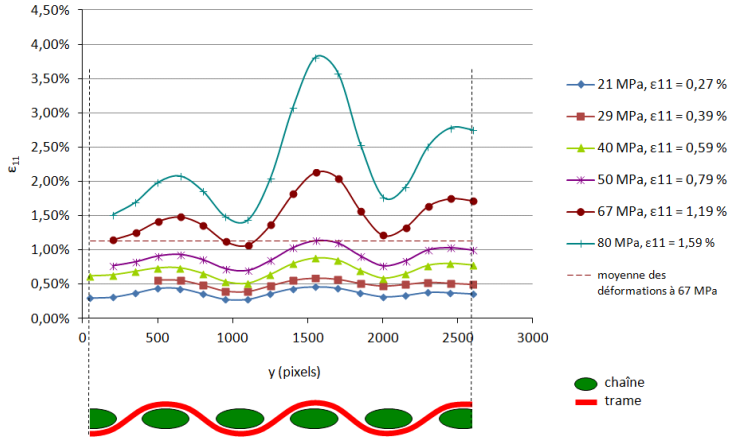


Figure 3.39 - Évolution selon la contrainte appliquée de la déformation longitudinale mesurée par corrélation d'images le long de la ligne C sur l'éprouvette de composite tissé chanvre/époxy $[0°/90°]_7$.

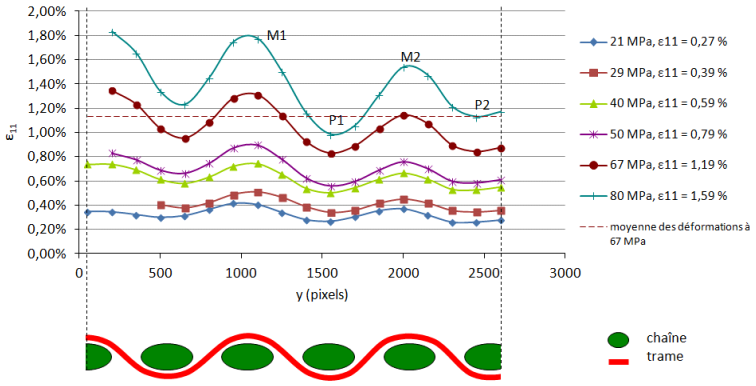


Figure 3.40 - Évolution selon la contrainte appliquée de la déformation longitudinale mesurée par corrélation d'images le long de la ligne D sur l'éprouvette de composite tissé chanvre/époxy $[0°/90°]_7$.

III.2.2 Champs de déformations d'une éprouvette $[\pm 45°]_7$

Un essai de traction avec chargements répétés progressifs et suivi par corrélation d'images a également été réalisé sur une éprouvette de composite tissé chanvre/époxy $[\pm 45°]_7$. La figure 3.41 présente la courbe contrainte-déformation correspondante.

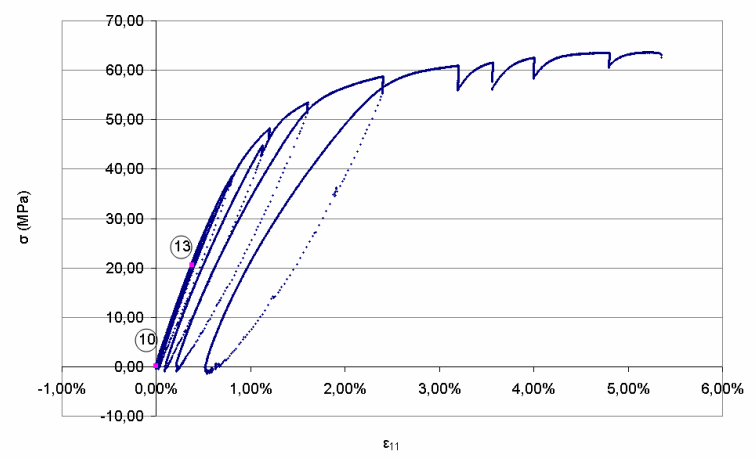


Figure 3.41 - Courbe contrainte/déformation en traction d'une éprouvette de composite chanvre/époxy $[\pm 45°]_7$ avec numérotation des photos - déformation mesurée par extensomètre.

De la même manière que pour les éprouvettes $[0°/90°]_7$, les champs de déformation mesurés ont été comparés à la microstructure sous-jacente. On peut voir sur la figure 3.42 un exemple de cartographie de déformations longitudinales ε_{11} mesurées sur une éprouvette $[\pm 45]_7$ avec la microstructure associée. On constate que les zones où la déformation est la plus faible sont les zones où le fil de chaîne passe par-dessus le fil de trame tandis que les déformations maximales sont situées entre les fils, dans les zones où l'épaisseur de résine est plus grande.

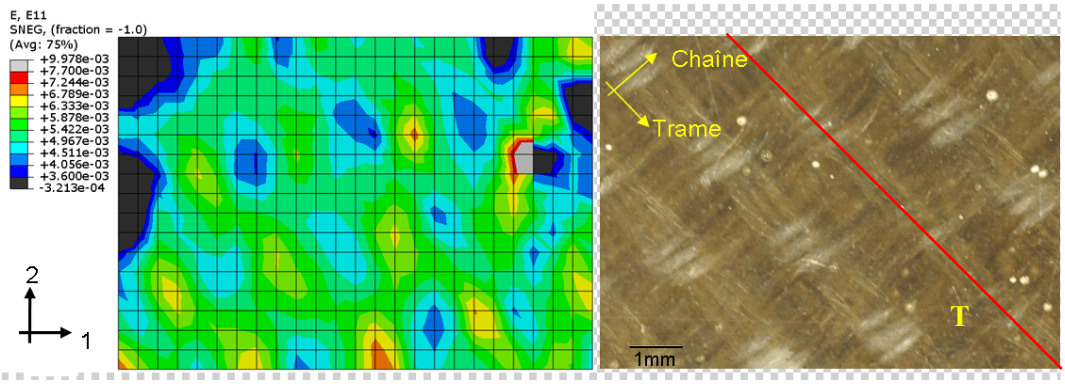


Figure 3.42 - Champ de déformation longitudinale ε_{11} sous une charge de 21 MPa mesuré par corrélation d'images sur un composite tissé chanvre/époxy $[\pm 45°]_7$ et microstructure associée. Direction de traction 1.

Les figures suivantes, figure 3.43 à figure 3.45, présentent les valeurs des déformations mesurées le long d'un toron de fils de trame (la ligne T représentée sur la figure 3.42) pour respectivement les déformations longitudinale ε_{11}, transverse ε_{22} et de cisaillement ε_{12}.

Pour ces trois types de déformations, on constate sur la figure 3.43, la figure 3.44 et la figure 3.45 que les hétérogénéités s'amplifient avec le niveau de charge appliqué, et que les valeurs de déformations minimales ou maximales ont tendance à s'accentuer au cours du chargement.

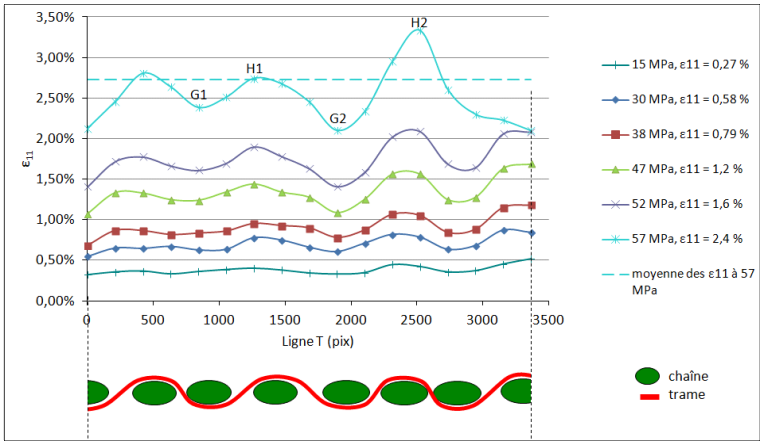


Figure 3.43 - Évolution selon la contrainte appliquée de la déformation longitudinale mesurée par corrélation d'images le long de la ligne T sur l'éprouvette de composite tissé chanvre/époxy $[\pm 45°]_7$.

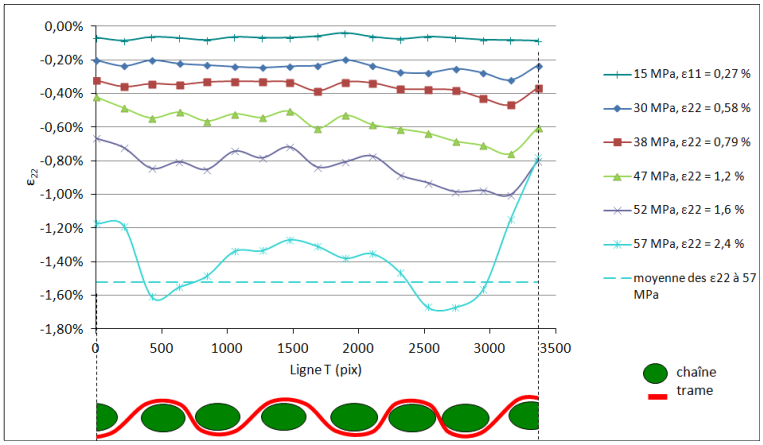


Figure 3.44 - Évolution selon la contrainte appliquée de la déformation transverse mesurée par corrélation d'images le long de la ligne T sur l'éprouvette de composite tissé chanvre/époxy $[\pm 45°]_7$.

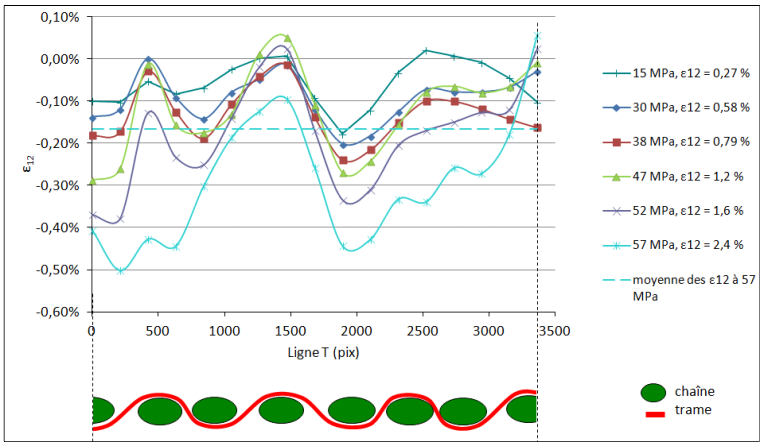


Figure 3.45 - Évolution selon la contrainte appliquée de la déformation de cisaillement mesurée par corrélation d'images le long de la ligne T sur l'éprouvette de composite tissé chanvre/époxy $[\pm 45°]_7$.

Comme pour le composite renforcé de tissu à 0/90°, les zones de déformations longitudinales minimales à la surface du matériau sont situées sur les torons de chaîne lorsqu'ils passent au-dessus des torons de trame. Dans le cas des déformations maximales, les observations faites sont différentes d'un composite à l'autre. Elles se trouvent dans les zones riches en résine pour le $[\pm 45°]_7$ et sur les torons de trame pour le stratifié $[0°/90°]_7$.

III.3 Premières comparaisons du modèle avec les résultats expérimentaux

III.3.1 Comportement macroscopique

Tout d'abord, la comparaison entre les résultats expérimentaux et les calculs par éléments finis a été effectuée sur le comportement macroscopique. La figure 3.46 présente les courbes de contrainte-déformation en traction quasi-statique pour la résine époxy seule, le fil de chanvre imprégné et les

composites chanvre/époxy $[0°/90°]_7$ et $[\pm45°]_7$. Les courbes globales contrainte-déformation calculées par le modèle pour deux simulations différentes (voir II.4.3) ont également été ajoutées sur cette figure. On constate sur cette figure que la rigidité initiale du modèle est proche de celle obtenue expérimentalement pour le composite 0°/90°, et qu'une optimisation des paramètres d'interaction dans le modèle pourra permettre de rapprocher le comportement global du modèle de celui obtenu expérimentalement.

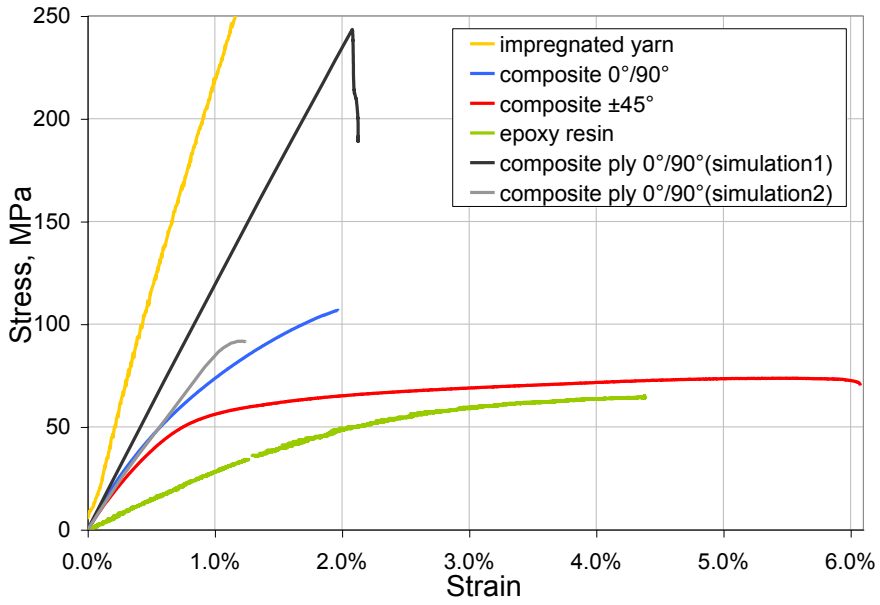


Figure 3.46 - Comparaison du comportement mécanique macroscopique en traction mesuré expérimentalement pour le fil de chanvre imprégné, la résine époxy seule et les composites chanvre/époxy $[0°/90°]_7$ et $[\pm45°]_7$, et calculé par éléments finis pour le composite 0°/90°.

La figure 3.47a présente une comparaison des modules d'Young mesurés expérimentalement sur la résine époxy seule, le fil de chanvre, les composites chanvre/époxy $[0°/90°]_7$ et $[\pm45°]_7$, avec la valeur calculée par le modèle numérique pour un pli de composite tissé 0°/90°. Ces résultats montrent que le modèle représente bien le module d'Young du composite, à partir des propriétés des constituants.

La figure 3.47b présente une comparaison des contraintes à rupture expérimentales mesurées sur les différents matériaux testés et la valeur calculée par le modèle numérique pour un pli de composite tissé 0°/90°. Sur cette figure on voit que la contrainte à rupture prévue par le modèle est supérieure à la valeur mesurée expérimentalement pour le composite. Ce résultat montre que les paramètres d'endommagement du modèle doivent encore être optimisés.

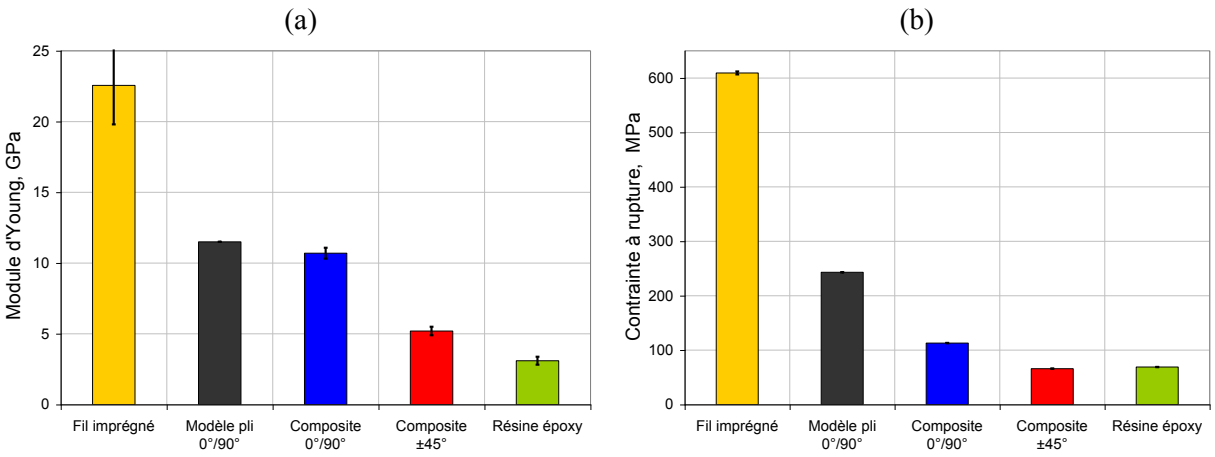


Figure 3.47 - Comparaison des valeurs du module d'Young (a) et de la contrainte à rupture (b) déterminées expérimentalement pour le fil de chanvre imprégné, la résine époxy seule et les composites $[0°/90°]_7$ et $[\pm45°]_7$ et numériquement pou le composite 0°/90°.

III.3.2 A l'échelle microstructurale

Une comparaison plus fine des résultats expérimentaux avec le modèle a également été effectuée grâce aux mesures faites par corrélation d'images sur le composite $[0°/90°]_7$.

La figure 3.48 présente la comparaison des valeurs de déformations longitudinales calculées par le modèle numérique sur un toron de chaîne avec celles mesurées par corrélation d'images sur la ligne B.

On constate que le modèle représente bien la tendance de variation de la déformation longitudinale sur les torons de chaîne due au croisement des fils de chaîne et trame, et on observe également la dispersion de cette déformation, comme trouvé sur les résultats expérimentaux. La différence de localisation des valeurs de maximum et minimum entre le modèle et le résultat expérimental est due au fait que la valeur expérimentale est mesurée à la surface du composite, représentée par la ligne noire pointillée sur le schéma de la figure 3.48a, tandis que la valeur numérique est obtenue directement dans les éléments du fil de chaîne.

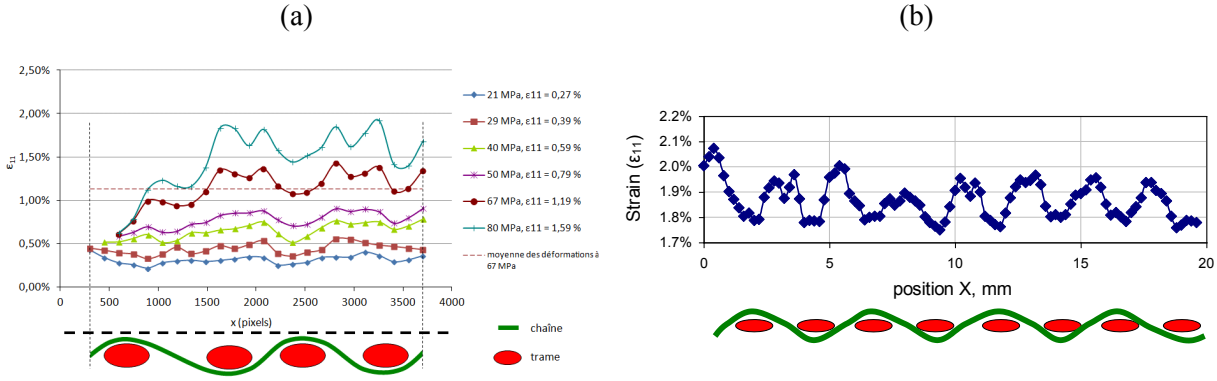


Figure 3.48 - Comparaison des valeurs de déformations longitudinales calculées par le modèle numérique sur un toron de chaîne avec celles mesurées par corrélation d'images sur la ligne B.

La figure 3.49 présente la comparaison des valeurs de déformations longitudinales calculées par le modèle numérique sur un toron de trame avec celles mesurées par corrélation d'images sur la ligne D. On voit que le modèle numérique représente également la variation de la déformation.

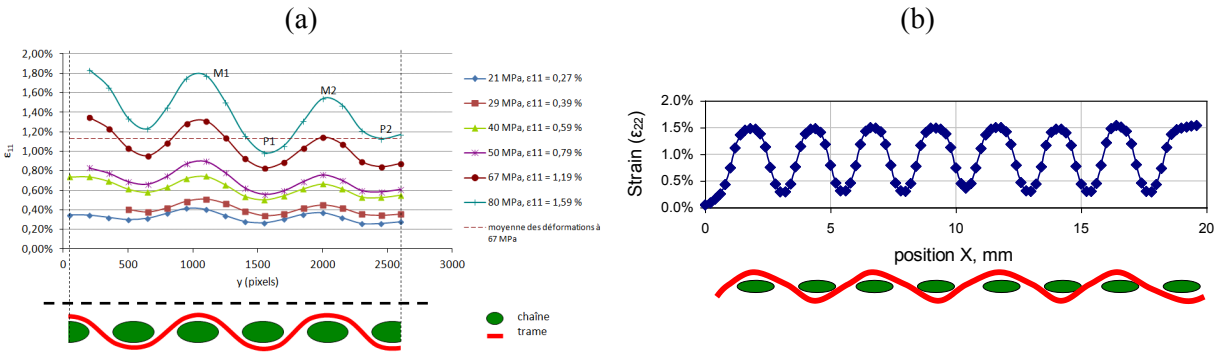


Figure 3.49 - Comparaison des valeurs de déformations longitudinales calculées par le modèle numérique sur un toron de trame avec celles mesurées par corrélation d'images sur la ligne D.

Ces comparaisons réalisées entre les simulations numériques et les mesures expérimentales montrent que le modèle, malgré la représentation schématisé du tissu, parvient à reproduire de façon qualitative les phénomènes d'interfaces entre les fils et entre fil et matrice. Toutefois, comme on l'a vu, les paramètres du modèle qui pilotent l'endommagement et la rupture doivent encore être optimisés.

III.4 Détermination des contraintes à appliquer en fatigue

Afin de pouvoir déterminer les valeurs des contraintes maximales à appliquer en fatigue, des essais de traction quasi-statique instrumentés par le système de suivi d'émission acoustique ont été réalisés sur les composites étudiés.

Les courbes contrainte-déformation de ces essais sont présentées dans la figure 3.50 pour chaque type d'orientation du renfort ($[0°/90°]_7$ et $[\pm45°]_7$). Dans ces graphes, l'axe horizontal représente la déformation de l'éprouvette. L'axe vertical primaire (à gauche) représente la contrainte lors de l'essai, divisée par la contrainte à rupture ($\sigma_{0,\theta}$) pour chaque type d'éprouvette. La courbe correspondante est tracée en noir. Quant à l'axe vertical secondaire (à droite), il représente le nombre cumulé des événements acoustiques, qui sont tracés aussi par rapport à la déformation de l'éprouvette (courbe rouge).

Les éprouvettes $[0°/90°]_7$ sont caractérisées par une contrainte à rupture moyenne de 113±10 MPa, une déformation maximale de 2,0±0,2 % et un module d'Young de 11,6±0,4 GPa. Les éprouvettes $[\pm45°]_7$ ont une contrainte à rupture moyenne de 66±7 MPa, une déformation maximale de 6,5±0,6 % et un module d'Young de 6,2±0,2 GPa. La dispersion qui atteint 10% pour les contraintes à rupture et

les déformations maximales est due à la dispersion du taux volumique de fibres des différentes plaques fabriquées et aussi à la dispersion naturelle des propriétés mécaniques des fibres de chanvre.

La courbe contrainte-déformation des éprouvettes $[0°/90°]_7$ a une allure régulière et une évolution progressive au cours de l'augmentation de la déformation, jusqu'à la rupture. Par contre, la courbe contrainte-déformation des éprouvettes $[\pm45°]_7$ présente deux zones distinctes, avec une transition vers 1% de déformation. Cela représente un changement marqué dans l'évolution de la courbe, probablement due aux contraintes locales de cisaillement, qui conduit à des déformations à rupture beaucoup plus importantes pour ces éprouvettes que pour les éprouvettes du type $[0°/90°]_7$ (6,5% contre 2,0%).

L'évolution du nombre cumulé d'événements acoustiques en fonction de la déformation présente aussi des différences entre les éprouvettes $[0°/90°]_7$ et $[\pm45°]_7$. Pour les $[0°/90°]_7$, l'évolution est lente au début et pendant la plus grande partie de l'essai, puis elle augmente très rapidement à la fin de l'essai. Pour les $[\pm45°]_7$, il y a une légère évolution au début, qui semble liée à la première zone de la courbe de contrainte-déformation de ce type de composite, puis il y a une deuxième phase plus accélérée et progressive pendant toute la deuxième zone de la courbe de contrainte-déformation, avec une dernière accélération de l'évolution juste avant la rupture. De plus, le nombre cumulé total d'événements acoustiques est plus important pour les éprouvettes $[\pm45°]_7$ (environ 3000 événements) que pour les $[0°/90°]_7$ (environ 500 événements).

A partir de ces résultats, nous avons choisi les niveaux de contrainte maximale (σ_{max}) pour les essais de fatigue (Tableau 3.4):

- pour les éprouvettes $[0°/90°]_7$, les valeurs des niveaux de contrainte choisis (σ_{max}) sont de 40%, 60% et 80% de la contrainte à rupture ($\sigma_{0,0°}$), qui correspondent à trois points équidistants sur la courbe de contrainte-déformation (Figure 3.50), avant l'initiation de la rupture finale (indiquée par l'accélération de l'évolution des événements acoustiques) ;

- pour les éprouvettes $[\pm45°]_7$, les valeurs des niveaux de contrainte choisis (σ_{max}) sont de 60%, 75% et 90% de la contrainte à rupture ($\sigma_{0,45°}$), qui correspondent à trois points équidistants sur la courbe de contrainte-déformation (Figure 3.50), placés respectivement dans la première zone, la zone de transition et la deuxième zone de la courbe.

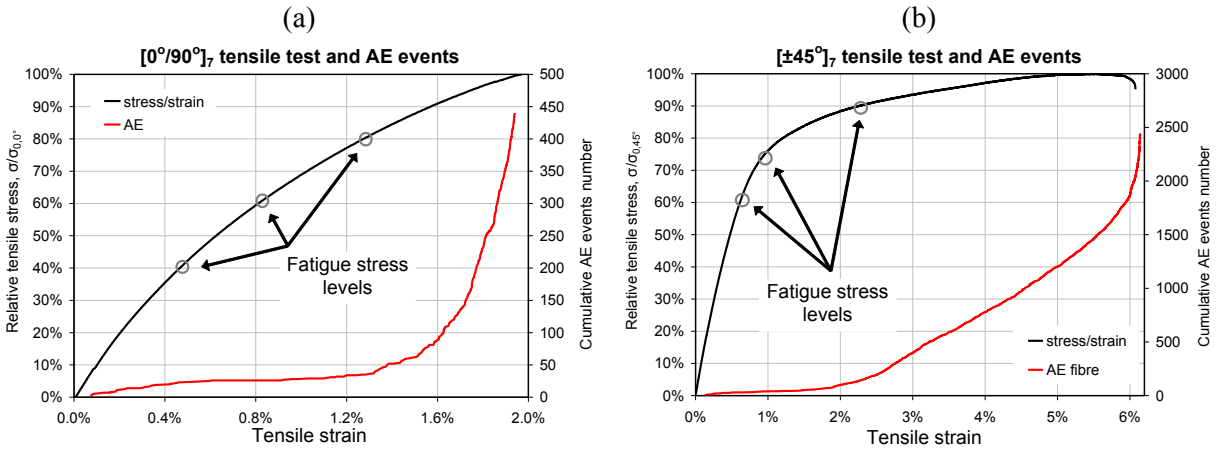


Figure 3.50 - Courbes de contrainte-déformation des essais de traction quasi-statique pour les éprouvettes chanvre/époxy (a) $[0°/90°]_7$ et (b) $[\pm45°]_7$.

Type d'éprouvette de composite chanvre/époxy	$[0°/90°]_7$	$[\pm45°]_7$
Traction		
Module d'Young	11,6±0,4 GPa	6,2±0,2 GPa
Contrainte à rupture	$\sigma_{0,0°}$ = 113±10 MPa	$\sigma_{0,45°}$ = 66±7 MPa
Déformation à rupture	2,0±0,2 %	6,5±0,6 %
Fatigue		
Niveaux de charge en fatigue ($\sigma_{max}/\sigma_{0,\theta}$)	40% - 60% - 80%	60% - 75% - 90%

Tableau 3.4 - Récapitulatif des paramètres mécaniques issus des essais de traction quasi-statique.

Conclusions de la partie 3

Dans cette partie, le comportement mécanique des constituants du composite chanvre/époxy a tout d'abord été étudié. Des essais de traction quasi-statique et de chargements répétés progressifs ont été effectués. Les résultats obtenus ont permis de déterminer les paramètres matériaux à entrer dans le modèle numérique. Il a également été montré que des éprouvettes de fils de chanvre imprégnés par la résine sont plus représentatives du comportement des fils dans le composite que les éprouvettes classiques de fils secs.

Un modèle numérique à la conception géométrique originale a ensuite été mis en place. Ce modèle est basé sur une simplification de la représentation du tissu, tout en conservant une représentation de chaque constituant et des interfaces. De plus, dans ce modèle, la variabilité des propriétés des constituants a été prise en compte. Dans cette première version du modèle, le comportement des interfaces a été estimé. Les premiers résultats obtenus sont prometteurs et des travaux futurs devraient permettre de pouvoir l'étendre au comportement en fatigue des composites tissés.

Ces premiers résultats numériques ont été comparés aux résultats expérimentaux obtenus en traction quasi-statique sur le composite chanvre/époxy. Pour cela, les champs de déformation sur des éprouvettes de composite ont été mesurés tout au long des essais par la technique de corrélation d'images numériques (stage d'Amélie Perrier). Ces mesures ont permis de montrer l'influence directe de la position des fils de trame et de chaîne sur les déformations surfaciques du composite. Pour finir, les valeurs de contrainte maximale à appliquer en fatigue ont été déterminées à partir des essais quasi-statiques, associés à l'enregistrement par émission acoustique, sur les deux séquences d'empilement : $[0°/90°]_7$ et $[\pm 45°]_7$.

PARTIE 4 Caractérisation du comportement mécanique en fatigue

Le but de cette partie est de caractériser le comportement en fatigue cyclique d'un composite à renfort de chanvre tissé et matrice époxy. Pour cela, des essais préliminaires de fatigue sur la résine seule et sur des composites monofilamentaires ont été réalisés. Puis des essais de fatigue ont été effectués sur des éprouvettes de composite avec deux orientations du tissu : $[0°/90°]_7$ et $[\pm 45°]_7$. Pour analyser les mécanismes d'endommagement, différentes techniques ont été employées : mesure des paramètres mécaniques lors de chaque cycle de fatigue, suivi par émission acoustique, mesure du champ de température de la surface des éprouvettes par caméra infrarouge, observations post-mortem par microscopie optique et par microtomographie par rayons X. Un modèle de durée de vie en fatigue, initialement développé pour des composites à fibres de verre, a également été adapté aux matériaux étudiés.

CHAPITRE I ESSAIS PRELIMINAIRES : FATIGUE DES CONSTITUANTS ..... - 137 -
I.1 Fatigue de la résine époxy seule ..... *- 137 -*
I.2 Fatigue du composite monofilamentaire ..... *- 137 -*
I.3 Evolution du module sécant en fatigue ..... *- 139 -*
CHAPITRE II DUREE DE VIE EN FATIGUE DES COMPOSITES CHANVRE/EPOXY ..... - 141 -
II.1 Conditions d'essais ..... *- 141 -*
II.1.1 Géométrie des éprouvettes ..... - 141 -
II.1.2 Mise en place des essais ..... - 141 -
II.1.3 Cycles de fatigue appliqués ..... - 142 -
II.2 Nombre de cycles à rupture ..... *- 142 -*
II.3 Modélisation du comportement en fatigue ..... *- 144 -*
CHAPITRE III ANALYSE DE L'ENDOMMAGEMENT EN FATIGUE ..... - 148 -
III.1 Evolution de l'endommagement ..... *- 148 -*
III.1.1 Paramètres mécaniques ..... - 148 -
III.1.2 Suivi par émission acoustique ..... - 152 -
III.1.3 Suivi par thermographie infrarouge ..... - 158 -
III.2 Mécanismes d'endommagement ..... *- 161 -*
III.2.1 Classification des signaux acoustiques par type d'endommagement ..... - 161 -
III.2.2 Observation des endommagements ..... - 162 -
III.2.3 Proposition de scénario d'endommagement ..... - 169 -
III.3 Répartition spatiale et quantification de l'endommagement ..... *- 172 -*
III.3.1 A l'échelle macroscopique ..... - 172 -
III.3.2 A l'échelle microscopique ..... - 173 -
CONCLUSIONS DE LA PARTIE 4 ..... - 177 -

Chapitre I Essais préliminaires : Fatigue des constituants

Dans cette étude préliminaire, une éprouvette de résine époxy seule et des éprouvettes monofilamentaires de composite chanvre/époxy seront soumises à des essais de fatigue pour avoir des premières informations sur l'influence du fil de chanvre dans le comportement en fatigue du composite.

I.1 Fatigue de la résine époxy seule

Un essai de fatigue a été réalisé sur un échantillon de résine seule. La fréquence choisie est de 1/60 Hz, afin de retrouver une vitesse de déplacement de la traverse voisine de 0,5 mm/min, ce qui correspond à la vitesse utilisée lors des essais de traction quasi-statique. Le rapport de charge (R) a été pris égal à 0,01 et une contrainte maximale de fatigue (σ_{max}) de 60 MPa a été appliquée, ce qui représente environ 85% de la contrainte à rupture de la résine en traction quasi-statique.

Dans cet essai, la rupture de la résine époxy seule en fatigue a eu lieu après 157 cycles. Au cours de cet essai de fatigue, le module sécant dynamique a été déterminé à chaque cycle. Les résultats seront présentés dans la section I.3.

I.2 Fatigue du composite monofilamentaire

On s'est intéressé ensuite au comportement des éprouvettes monofilamentaires en fatigue. Les éprouvettes monofilamentaires étudiées sont des éprouvettes de résine époxy avec un fil de fibres de chanvre au centre, dans la direction de l'axe de traction (Figure 4.1). C'est une adaptation des éprouvettes à fibre unique, normalement utilisées pour étudier le comportement de l'interface fibre/matrice par des essais de fragmentation. Le comportement en traction quasi-statique de ces éprouvettes a été étudié précédemment [Guillebaud-Bonnafous et al., 2012]. Les résultats, obtenus par des essais à 0,5mm/min, ont montré que la contrainte à rupture de ces éprouvettes est de 70±10 MPa, avec l'apparition du premier fragment à 60±1 MPa, et un nombre de fragments du fil variant entre 0 et 4 selon les échantillons.

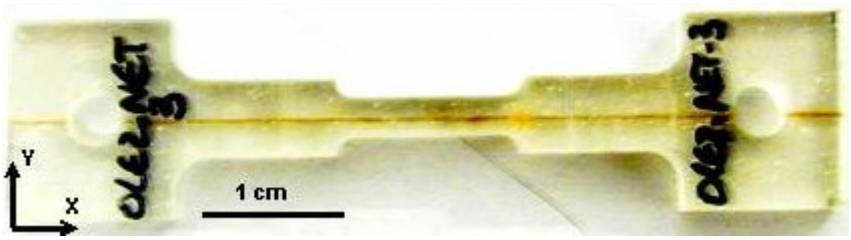


Figure 4.1 - Éprouvette monofilamentaire chanvre/époxy.

Les essais de fatigue sur ces échantillons ont été réalisés avec la machine Instron E1000. La caméra haute résolution DMC-FZ28 de chez Panasonic a été utilisée pour observer la fragmentation du fil de chanvre dans la zone utile.

Essai 1 : composite monofilamentaire testé à 1 Hz

D'abord, nous avons réalisé un essai de fatigue avec la même fréquence de 1 Hz que celle qui sera utilisée pour les essais sur le composite tissé. L'essai était piloté en contrainte, avec une valeur maximale de contrainte de 60 MPa et un rapport de charge de fatigue (R) de 0,01. La valeur maximale de contrainte de fatigue choisie est la valeur de seuil de la première fragmentation du fil en traction quasi-statique, et représente environ 85% de la contrainte à rupture en quasi-statique de l'éprouvette monofilamentaire.

Dans l'essai 1, la rupture de l'éprouvette a eu lieu après 15 cycles de fatigue, probablement dès la première fragmentation du fil (pas de fragmentation du fil préalable visible). La raison de cette rupture précoce est peut-être due à la vitesse de déplacement de la traverse élevée dans cet essai.

Essai 2: composite monofilamentaire testé à 1/60 Hz

On a réalisé un autre essai avec une fréquence de 1/60 Hz, correspondant à une vitesse de déplacement de la traverse voisine de 0,5 mm/min. La valeur maximale de contrainte de fatigue utilisée est toujours de 60 MPa et le rapport de charge (R) de 0,01.

Lors de cet essai, la rupture en fatigue a eu lieu après 58 cycles et deux fragmentations du fil ont eu lieu avant la rupture de l'éprouvette :

→ 1ère fragmentation à 5 cycles.

→ 2ème fragmentation à 14 cycles.

Des images de l'éprouvette ont été enregistrées in situ, tout au long de l'essai de fatigue. Une séquence d'images correspondant à la première fragmentation est présentée dans la figure 4.2. On observe que la fragmentation du fil se fait progressivement, sur quelques cycles : on commence à déceler quelque chose au cycle 4, puis la fragmentation est totale au cycle 5. Pour la deuxième fragmentation, les premiers défauts sont décelés au cycle 12 et la fragmentation est totale au cycle 14.

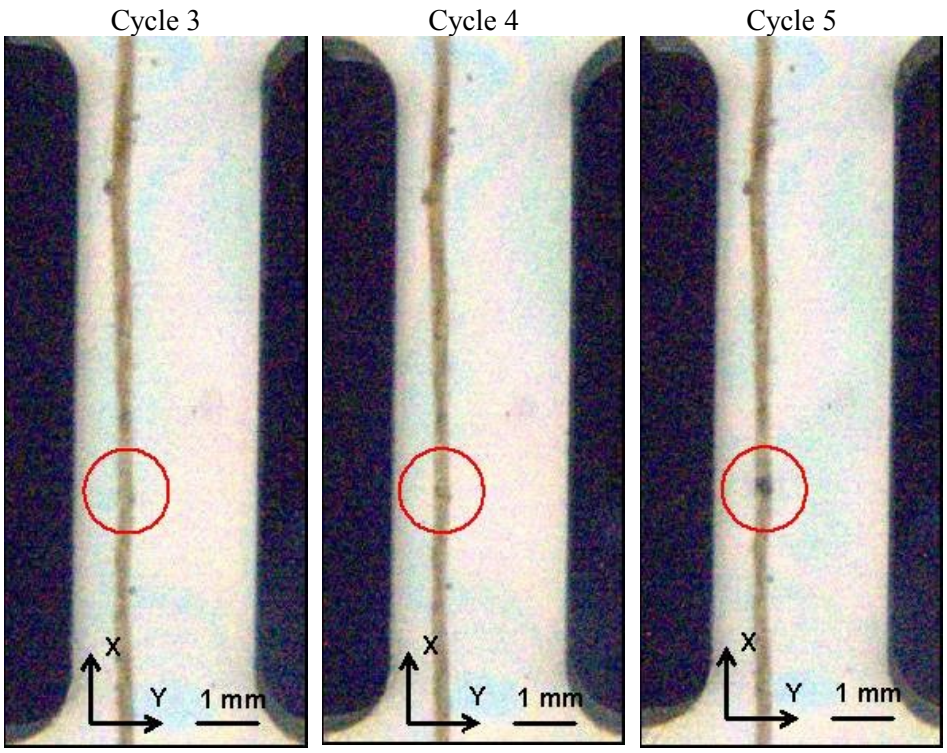


Figure 4.2 - Fragmentation graduelle du fil dans une éprouvette monofilamentaire chanvre/époxy sollicitée en fatigue à 1/60 Hz.

Le nombre de cycles à rupture atteint par les éprouvettes monofilamentaires (15 et 58 cycles) est nettement inférieur à celui obtenu pour la résine seule (157 cycles). Cela montre le rôle important joué par le fil dans le comportement en fatigue de ce type de matériau.

I.3 Evolution du module sécant en fatigue

Au cours de ces essais de fatigue, le module sécant dynamique a été déterminé à chaque cycle. Le module sécant dynamique est défini comme la pente de chaque boucle d'hystérésis. Son évolution pendant les essais de fatigue est un indicateur de l'évolution de l'endommagement de l'éprouvette [Vallons et al., 2007][Liang et al., 2012].

Dans la figure 4.3, on présente l'évolution du module dynamique normé par le module dynamique du premier cycle (E_0), en fonction du nombre de cycles de fatigue (échelle logarithmique), pour les essais réalisés sur le composite monofilamentaire et sur résine seule. Sur la courbe de l'essai 2, les cycles correspondant à la fragmentation du fil sont de couleur grise (gris clair pour le début de la fragmentation, et gris foncé lorsque la fragmentation est totale).

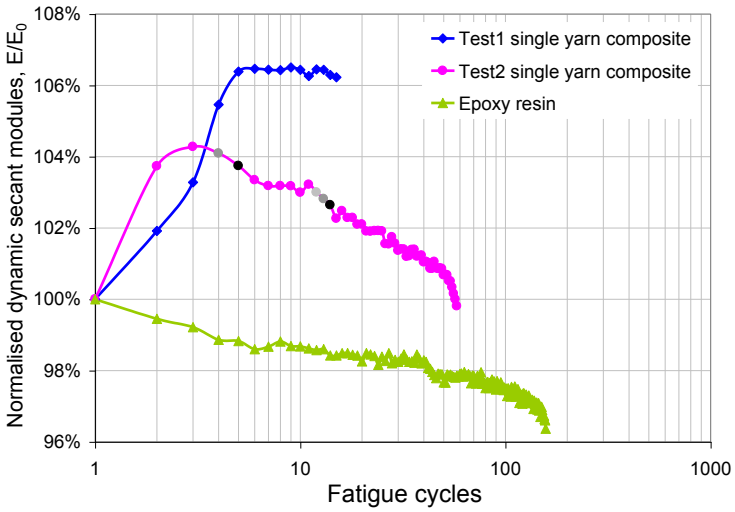


Figure 4.3 - Evolution du module sécant dynamique au cours des essais de fatigue sur les éprouvettes de composite monofilamentaire (test 1 et test 2) et de la résine époxy seule.

Les courbes des essais 1 et 2 montrent que le module dynamique sécant des éprouvettes de composite monofilamentaire augmente au cours des premiers cycles. Cela est probablement dû à l'augmentation de la rigidité du fil de chanvre en traction, liée au réalignement des fibres selon l'axe de traction, comme vu précédemment. Une augmentation de la rigidité d'un composite à fibres longues de lin non tissé en fatigue avait également été observée par Liang et al. [Liang et al., 2012].

L'augmentation du module sécant mesuré pour le composite monofilamentaire atteint au maximum 6,5% (Figure 4.3), alors que pour les fils imprégnés, testés en chargements cycliques (CRP), l'augmentation du module atteignait environ 10% (Figure 3.12). Cette différence peut s'expliquer par la quantité de résine beaucoup plus importante dans les éprouvettes monofilamentaires, et par le module plus élevé de la résine époxy, comparé à celui de la résine utilisée dans les fils imprégnés. En effet, la résine peut limiter le réalignement des fibres de chanvre dans le fil. De plus, on constate sur la figure 4.3, que cette valeur maximum du module sécant correspond à la première fragmentation du fil (c'est-à-dire à la rupture de l'éprouvette dans le cas de l'essai 1, et à la fragmentation au 5ème cycle dans l'essai 2).

Passé ce maximum, le module sécant a tendance à baisser, comme on peut le voir sur la figure 4.3. Ce phénomène peut s'expliquer par l'endommagement qui se développe dans le fil. En considérant la courbe relative à la résine seule, on constate que la rigidité de la résine baisse graduellement dès le premier cycle, et ce jusqu'à la rupture finale. A la rupture, la baisse approche les 4%.

Ces résultats nous permettent de conclure que l'augmentation de la rigidité de l'éprouvette monofilamentaire est exclusivement due à l'augmentation de la rigidité du fil de chanvre, la rigidité de la résine seule ayant tendance à baisser.

Chapitre II Durée de vie en fatigue des composites chanvre/époxy

II.1 Conditions d'essais

Dans cette partie, le comportement mécanique en fatigue cyclique du composite chanvre/époxy a été caractérisé pour deux types d'orientation du renfort : $[0°/90°]_7$ et $[\pm45°]_7$.

II.1.1 Géométrie des éprouvettes

Les éprouvettes ont été découpées dans des plaques de composite chanvre/époxy du type RTM. Ces plaques ont une épaisseur d'environ 3,1 mm, présentent un taux volumique de renfort de 38±4% et un taux de porosité de 2,0±1,9%.

Les éprouvettes utilisées sont parallélépipédiques, de dimensions 150 mm x 20 mm x 3,1 mm, comme celles utilisées pour les essais de traction quasi-statique (Figure 3.30). Au total, neuf éprouvettes de chaque type ont été utilisées pour les essais de fatigue, soit trois éprouvettes pour chaque niveau de charge appliqué.

II.1.2 Mise en place des essais

Les essais de fatigue ont été réalisés avec la machine INSTRON 8501. Les éprouvettes ont été placées entre les mors de la machine, en laissant une zone utile de 90 mm. Afin de réaliser une analyse détaillée des mécanismes d'endommagement, les tests mécaniques ont été multi-instrumentés.

Le suivi en temps réel des échos d'émission acoustique a été réalisé avec le système de chez Physical Acoustics SA. Pour ce suivi, deux capteurs ont été placés aux extrémités de la zone utile des éprouvettes, avec une distance entre leur centre de 80 mm. Une graisse de silicone a été utilisée pour améliorer le couplage entre les capteurs et les éprouvettes.

Un appareil photo Nikon D3X a été utilisé pour réaliser des photos, pendant les essais, d'une zone de 25 mm par 20 mm de la surface des éprouvettes avec une résolution de 5,95 µm/pixel. De plus, la camera infrarouge de chez Cedip Infrared Systems a été utilisée pour mesurer le champ de température de la surface des éprouvettes.

Le montage des essais est représenté dans la figure 4.4.

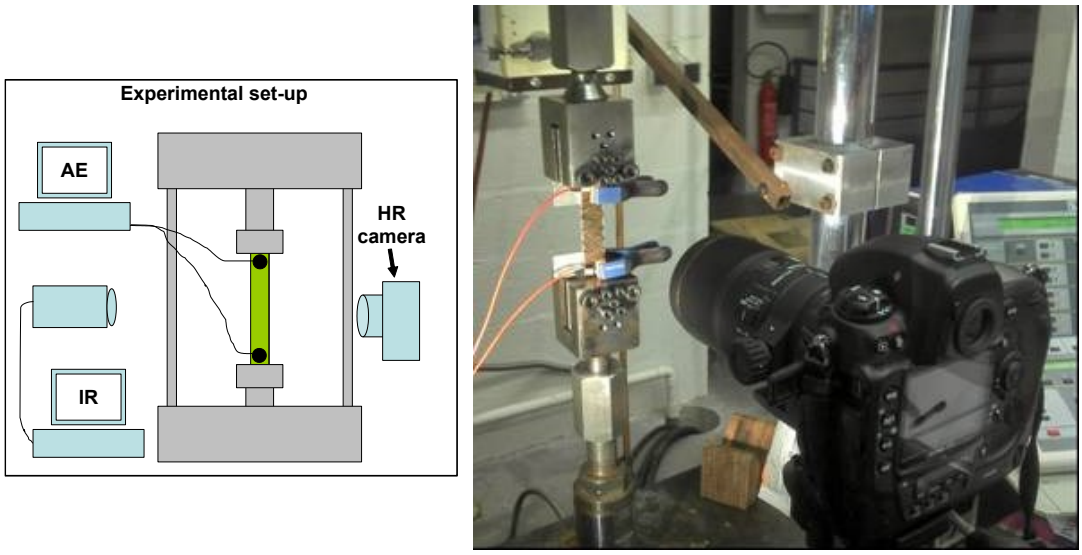


Figure 4.4 - Montage des essais de fatigue multi-instrumentés avec AE (Émission Acoustique), IR (caméra infrarouge) et HR camera (caméra haute résolution).

II.1.3 Cycles de fatigue appliqués

Les cycles de forme sinusoïdale des essais de fatigue ont été réalisés en contrôle de charge, avec une charge maximale constante et une fréquence de 1Hz (le choix de la fréquence a été détaillé section III.1.4 de la PARTIE 2). Le rapport de charge (R) entre la charge maximale (σ_{max}) et minimale (σ_{min}) est de 0,01. Cette charge minimale de 1% de la charge maximale permet d'approcher le zéro de charge, en évitant de rentrer en compression, et ainsi la déformation de l'éprouvette à σ_{min} peut être considérée comme la déformation résiduelle du cycle. Le logiciel de contrôle de la machine enregistre les valeurs de la position de la traverse et de la charge appliquée pour les points minimal et maximal de chaque cycle de fatigue. Les déformations minimales et maximales des éprouvettes ont été calculées à partir des mesures de déplacement de la traverse de la machine (section III.1.3 de la PARTIE 2).

Les valeurs des niveaux de charge maximale ont été définies à partir des courbes de contrainte-déformation des essais de traction quasi-statique réalisés pour chaque type d'orientation du renfort (section III.4 de la PARTIE 3) :

→ pour les éprouvettes $[0°/90°]_7$, les valeurs des niveaux de contrainte choisis (σ_{max}) sont de 40%, 60% et 80% de la contrainte à rupture ($\sigma_{0,0°}$) ;

→ pour les éprouvettes $[\pm45°]_7$, les valeurs des niveaux de contrainte choisis (σ_{max}) sont de 60%, 75% et 90% de la contrainte à rupture ($\sigma_{0,45°}$).

II.2 Nombre de cycles à rupture

Le nombre de cycles de fatigue à rupture pour chaque essai réalisé sur le composite chanvre/époxy est représenté dans un diagramme de Wöhler sur la figure 4.5. Dans ce diagramme, sur l'axe

horizontal, est tracé le logarithme du nombre de cycles de chaque éprouvette à rupture. L'axe vertical représente la contrainte maximale appliquée lors de chaque essai de fatigue (σ_{max}), divisée par la contrainte à rupture en traction quasi-statique pour chaque type d'éprouvette ($\sigma_{0,\theta}$). Comme on l'a vu, la représentation du diagramme S-N normé est de plus en plus courante dans la littérature [Shah et al., 2013], et cela permet une comparaison directe du taux de dégradation de la résistance à la fatigue entre différents matériaux.

Les points relatifs à chaque essai sont représentés par les carrés colorés (bleus pour le $[0°/90°]_7$ et rouges pour le $[\pm45°]_7$). Les dispersions des valeurs de $\sigma_{max}/\sigma_{0,\theta}$ de chaque éprouvette sont représentées par les barres d'erreur. Cette dispersion est due à l'ajustement du PID de la machine de fatigue pour commander le σ_{max} de chaque essai, à la dispersion de la contrainte à rupture ($\sigma_{0,\theta}$) et à l'incertitude des mesures des dimensions des éprouvettes. Les essais ont été limités à 10^6 cycles, et les points relatifs aux éprouvettes non rompues à l'arrêt de l'essai sont représentés par les flèches. Les données de ces courbes sont présentées dans le tableau 4.1.

Globalement, le nombre de cycles de fatigue à rupture présente une dispersion importante pour chaque niveau de charge de fatigue. Cette dispersion est due, probablement, à la dispersion caractéristique des essais de fatigue conjuguée à la dispersion naturelle des propriétés mécaniques des fibres végétales. Cependant, il est possible de définir une tendance du comportement en fatigue à partir de ces diagrammes. De façon classique, le nombre de cycles à rupture a tendance à augmenter avec la diminution du niveau de la charge maximale appliquée.

Par exemple, dans l'intervalle des niveaux de charge testés, pour une diminution de $\sigma_{max}/\sigma_{0,\theta}$ de 10%, le logarithme du nombre de cycles à rupture augmente de l'ordre de 0,6 pour les éprouvettes $[0°/90°]_7$, et de l'ordre de 0,9 pour les éprouvettes $[\pm45°]_7$. Cela indique aussi une résistance en fatigue plus importante pour les éprouvettes $[\pm45°]_7$.

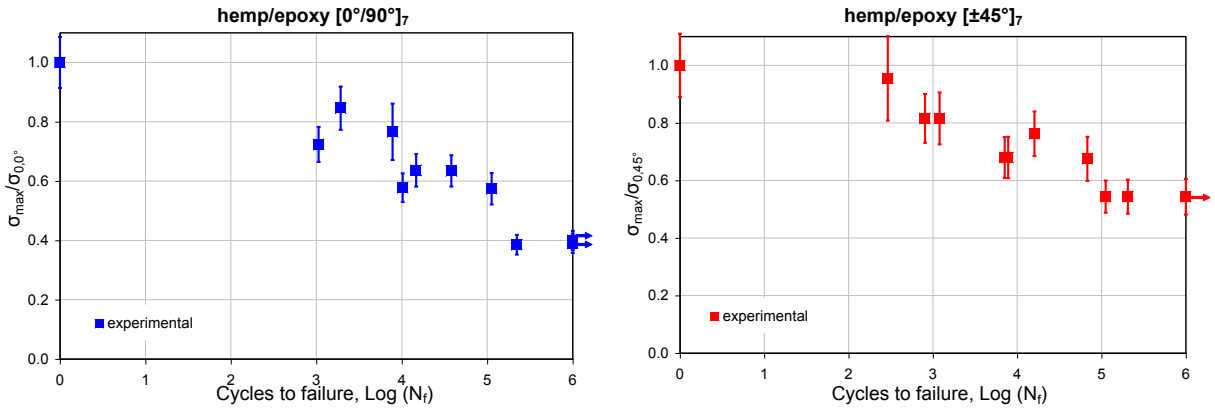


Figure 4.5 - Diagramme de Wöhler pour les essais de fatigue sur composites chanvre/époxy.

$[0°/90°]_7$			$[\pm45°]_7$		
Niveau de charge	Nombre de cycles à rupture		Niveau de charge	Nombre de cycles à rupture	
$40\%\sigma_{0,0°}$	>1 000 000	Moyenne	$60\%\sigma_{0,45°}$	>1 000 000	Moyenne
	>1 000 000	>740 535		205 014	>438 924
	221 607			111 759	
$60\%\sigma_{0,0°}$	112 540	Moyenne	$75\%\sigma_{0,45°}$	67 798	Moyenne
	37 927	55 060		15 992	30 533
	14 714			7 809	
$80\%\sigma_{0,0°}$	1 062	Moyenne	$90\%\sigma_{0,45°}$	1 200	Moyenne
	7 784	3 591		805	765
	1 926			291	

Tableau 4.1 - Nombre de cycles à rupture des éprouvettes chanvre/époxy testées en fatigue.

II.3 Modélisation du comportement en fatigue

Pour analyser le comportement en fatigue de ce composite chanvre/époxy, nous utilisons le modèle d'Epaarachchi et Clausen (2003), détaillé dans la section II.3.2 de la PARTIE 1, qui est représenté par l'équation suivante :

$$N_f = \left[1 + \left(\frac{\sigma_{0,\theta}}{\sigma_{\max}} - 1\right) \frac{f^{\beta}}{\alpha(1-R)^{1,6-R|\sin\theta|}} \left(\frac{\sigma_{0,\theta}}{\sigma_{\max}}\right)^{0,6-R|\sin\theta|}\right]^{\frac{1}{\beta}} \qquad \text{Équation 4.1}$$

Ce modèle fournit le nombre de cycles de fatigue à rupture (Nf) en fonction de la fréquence (f), du rapport de charge (R) et du rapport entre la contrainte à rupture en traction ($\sigma_{0,\theta}$) et la contrainte maximale de fatigue appliqué (σ_{max}). Les paramètres α et β doivent être déterminés expérimentalement pour chaque type de drapage.

Pour déterminer ces deux paramètres α et β, l'équation 4.1 doit être écrite sous la forme :

$$\alpha\left(N_f{}^{\beta} - 1\right) = \left(\frac{\sigma_{0,\theta}}{\sigma_{\max}} - 1\right) \frac{f^{\beta}}{(1-R)^{1,6-R|\sin\theta|}} \left(\frac{\sigma_{0,\theta}}{\sigma_{\max}}\right)^{0,6-R|\sin\theta|} \qquad \text{Équation 4.2}$$

La figure 4.6 montre les droites obtenues pour chaque type de composite : (a) $[0°/90°]_7$ et (b) $[\pm45°]_7$, où « A » représente le membre droit de l'équation 4.2. Pour chaque composite, les valeurs de α et β ainsi déterminées sont récapitulées dans le tableau 4.2.

	α	β
$[0°/90°]_7$	0,035	0,316
$[\pm45°]_7$	0,089	0,206

Tableau 4.2 - Valeurs des paramètres α et β déterminées pour chaque type d'éprouvette de composite chanvre/époxy.

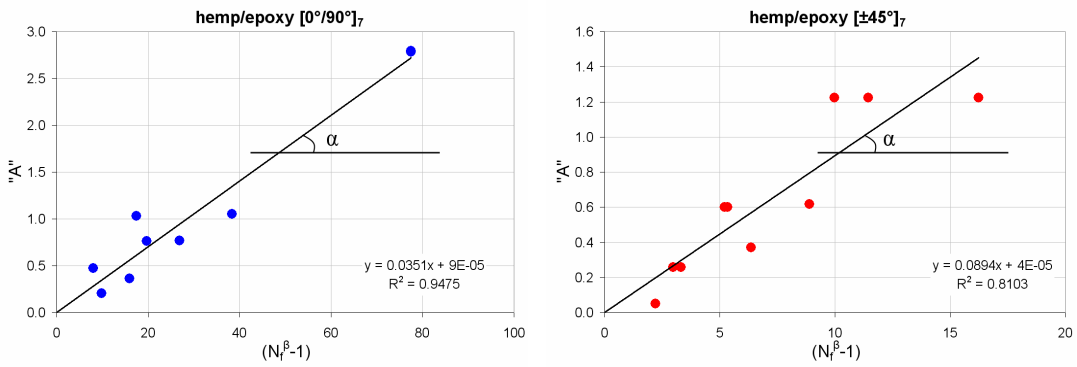


Figure 4.6 - Courbes pour la détermination des paramètres α et β pour les composites chanvre/époxy $[0°/90°]_7$ et $[\pm45°]_7$.

La figure 4.7 montre les diagrammes de Wöhler des résultats expérimentaux pour chaque type de composite, avec le modèle d'Epaarachchi représenté par les lignes continues (bleue et rouge). Les lignes en pointillé représentent les intervalles de dispersion pour ce modèle, qui sont calculés à partir des dispersions des contraintes à rupture en traction ($\sigma_{0,\theta}$) de chaque type de composite.

Ces courbes montrent que ce modèle de comportement en fatigue représente bien les résultats expérimentaux et la non linéarité du comportement pour les hauts niveaux de charge. Ce modèle représente également bien la dispersion des résultats expérimentaux des essais de fatigue. Ce modèle permet de comparer le comportement en fatigue pour chaque type d'orientation de renfort (Figure 4.8). Dans la figure 4.8, les courbes du comportement en fatigue modélisé des deux types de composites sont superposées. Cela montre la tendance pour les éprouvettes du type $[\pm45°]_7$ à avoir une résistance relative en fatigue plus importante que celles des éprouvettes $[0°/90°]_7$.

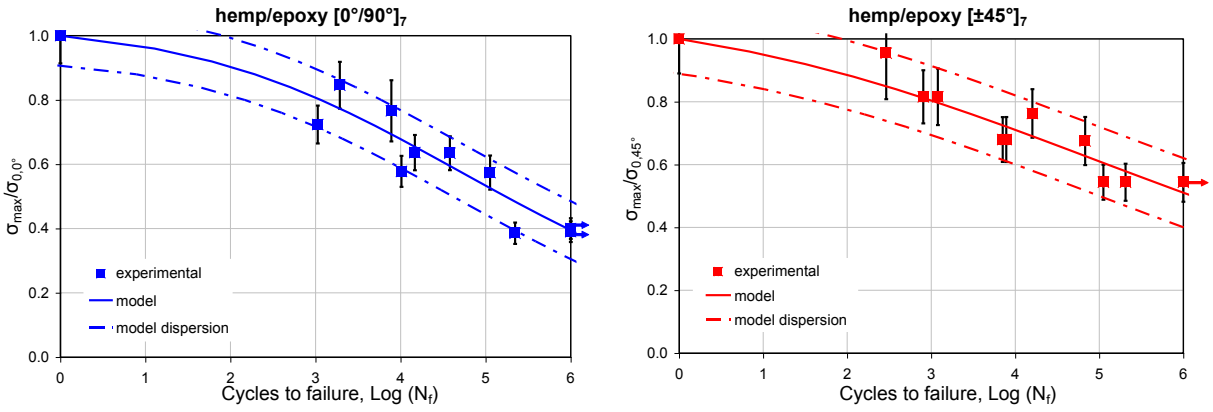


Figure 4.7 - Diagramme de Wöhler avec la représentation du modèle de comportement en fatigue pour les composites $[0°/90°]_7$ et $[\pm45°]_7$ en chanvre/époxy.

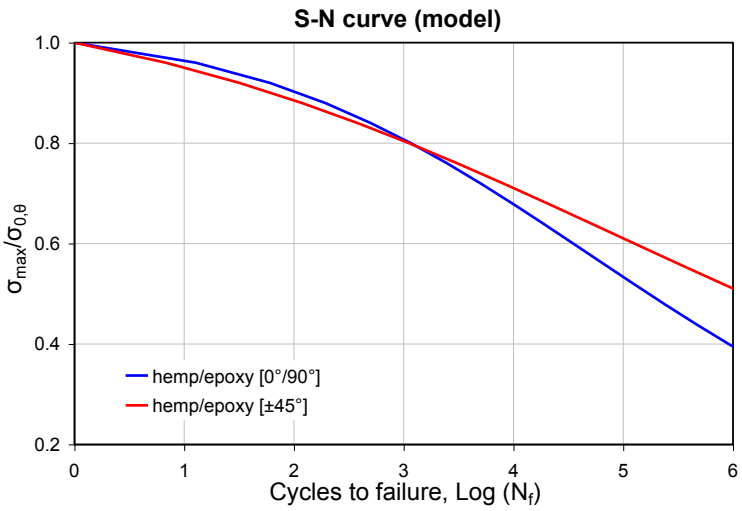


Figure 4.8 - Comparaison du comportement en fatigue modélisé pour les éprouvettes $[0°/90°]_7$ et $[\pm45°]_7$ en chanvre/époxy.

Ce modèle permet également d'analyser l'influence des paramètres R (rapport de charge) et f (fréquence) des essais de fatigue. Par exemple, la figure 4.9 présente la modélisation du comportement en fatigue pour des fréquences de 1 Hz (bleu pour $[0°/90°]_7$ et rouge pour $[\pm45°]_7$), 5 Hz (vert clair) et 10 Hz (vert foncé) avec R = 0,01, et la modélisation du comportement pour des rapports de charge de 0,01 (bleu pour $[0°/90°]_7$ et rouge pour $[\pm45°]_7$), de 0,1 (gris clair) et de 0,5 (gris foncé) avec une fréquence de 1 Hz. Ces modélisations sont présentées pour les deux orientations de renfort ($[0°/90°]_7$ et $[\pm45°]_7$). Ces figures montrent que, pour ces deux orientations de renfort, la résistance en fatigue modélisée augmente, soit avec l'augmentation de la fréquence des cycles, soit avec l'augmentation du rapport de charge R. Ce type d'évolution a été retrouvée expérimentalement pour des composites verre/époxy [Epaarachchi et Clausen, 2003] et une tendance similaire concernant l'influence du rapport de charge a été aussi observée expérimentalement sur un composite chanvre tissé/polyester [Shah et al., 2013].

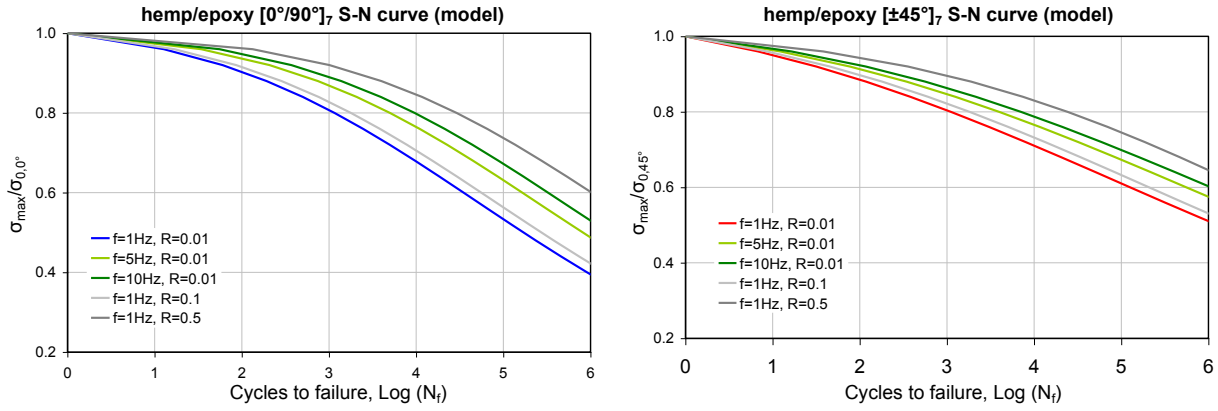


Figure 4.9 - Comparaison du comportement en fatigue modélisé pour les éprouvettes $[0°/90°]_7$ et $[\pm45°]_7$, pour différentes valeurs de fréquence et du rapport de charge.

La figure 4.10 présente une comparaison du comportement en fatigue des deux types de composite chanvre/époxy étudiés ($[0°/90°]_7$ et $[\pm45°]_7$) et de composites à matrice époxy et à renforts unidirectionnels de verre avec différents types de drapages. Les lignes continues bleue et rouge représentent respectivement le comportement des composites chanvre/époxy, $[0°/90°]_7$ et $[\pm45°]_7$. Les résultats du comportement en fatigue des composites verre/époxy sont représentés par les lignes en pointillé, en bleu pour le verre/époxy UD [0°/90°], en rouge pour le verre/époxy UD [±45°] et en vert pour le verre/époxy UD [0°/±45°/0°] [Epaarachchi et Clausen, 2003].

Cette comparaison montre que, comme pour les composites chanvre/époxy étudiés, pour le composite verre/époxy, le drapage [±45°] a tendance à avoir une résistance relative en fatigue plus élevée que celle du drapage [0°/90°]. De plus, cette comparaison indique, pour des sollicitations supérieures à 30% de la contrainte à rupture du matériau, une résistance relative en fatigue des composites chanvre/époxy supérieure à celle des composites verre/époxy. Ces résultats sont en accord avec les résultats de Shah et al. [Shah et al., 2013], qui ont comparé le comportement en fatigue de composites à fibres végétales tissées (jute, chanvre et lin) et à matrice polyester avec le comportement en fatigue de composites verre/polyester. Shah et al. [Shah et al., 2013] font trois hypothèses pour expliquer les causes de ce comportement des composites à fibres végétales : (i) une dégradation plus lente de la rigidité en fatigue des fibres végétales comparée à celle des fibres de verre, grâce à la réorientation des microfibrilles de cellulose ; (ii) la microstructure complexe des fibres végétales permettant de créer des mécanismes d'absorption et de déviation des fissures ; (iii) la rugosité de la surface des fibres végétales, facilitant le transfert de contrainte et de déformation vers la matrice.

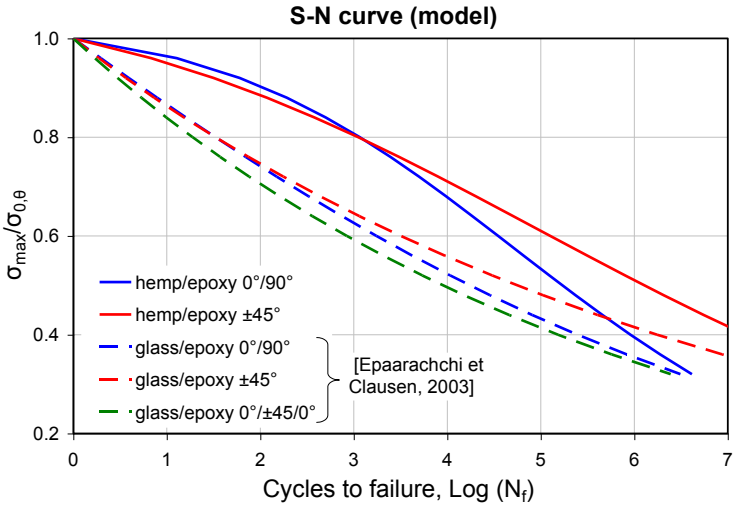


Figure 4.10 - Comparaison du comportement en fatigue des composites de chanvre/époxy et verre/époxy.

Chapitre III Analyse de l'endommagement en fatigue

Les éprouvettes de composites chanvre/époxy testées en fatigue ont présenté des modes de rupture finale similaires à ceux des éprouvettes testées en traction quasi-statique. La figure 4.11 montre les zones de rupture d'éprouvettes $[0°/90°]_7$ et $[\pm45°]_7$ testées en traction quasi-statique et en fatigue. Pour les éprouvettes $[0°/90°]_7$, la rupture finale est fragile et perpendiculaire à l'axe de traction. Pour les éprouvettes $[\pm45°]_7$, la rupture finale est aussi fragile, mais orientée à 45°. Dans la suite, on présente une étude détaillée sur les mécanismes d'endommagement en fatigue.

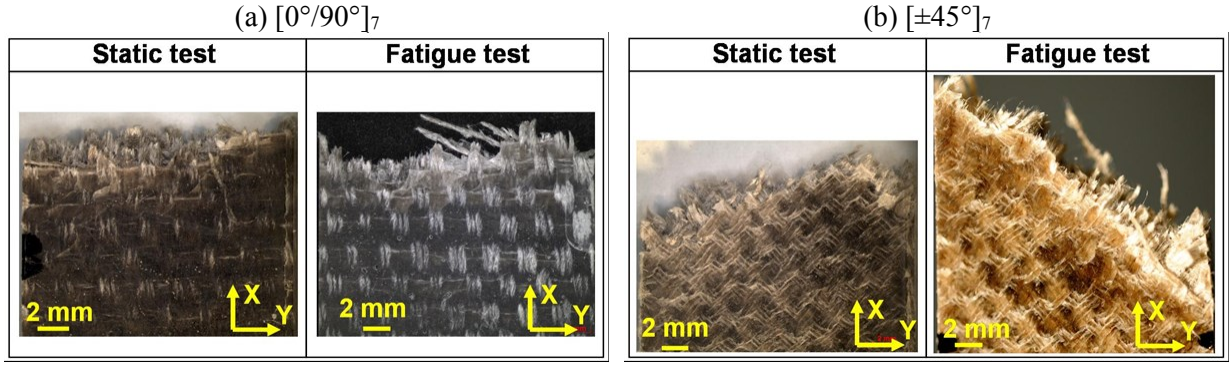


Figure 4.11 - Zones de rupture des éprouvettes de composites chanvre/époxy testées en traction quasi-statique et en fatigue : (a) $[0°/90°]_7$ et (b) $[\pm45°]_7$.

III.1 Evolution de l'endommagement

III.1.1 Paramètres mécaniques

Pendant les essais de fatigue, trois paramètres mécaniques ont été déterminés à chaque cycle : le module sécant dynamique, la déformation résiduelle (minimale) et la déformation maximale. La courbe de contrainte-déformation de chaque cycle de fatigue est caractérisée par une boucle d'hystérésis qui part d'une contrainte minimale associée à une déformation initiale, monte jusqu'à une contrainte maximale puis redescend à la contrainte minimale à laquelle est associée une nouvelle déformation minimale ou résiduelle (Figure 4.12). La déformation résiduelle est la déformation minimale du retour de la boucle (Figure 4.12a), la déformation maximale est la déformation associée à la contrainte maximale de la boucle (Figure 4.12a) et le module sécant dynamique est défini comme la pente de chaque boucle d'hystérésis (Figure 4.12b). L'évolution de ces paramètres pendant les essais

de fatigue est un indicateur de l'évolution de l'endommagement de l'éprouvette [Vallons et al., 2007][Liang et al., 2012].

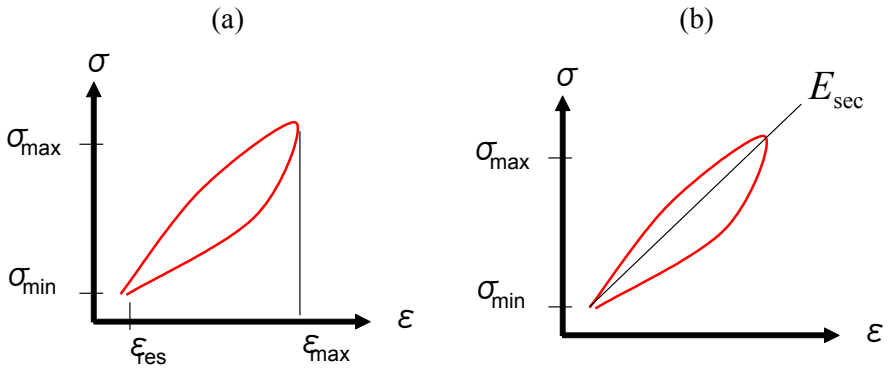


Figure 4.12 - Représentation de la courbe contrainte-déformation de chaque cycle des essais de fatigue et définition des grandeurs mécaniques associées : a) déformations résiduelle et maximale, b) module sécant.

La figure 4.13, la figure 4.14 et la figure 4.15 présentent ces paramètres en fonction du nombre normé de cycles de fatigue (N/N_f), pour chacune des orientations de renfort. Pour ces figures, les points tracés représentent la moyenne des mesures réalisées sur les trois éprouvettes de chaque niveau de charge de fatigue.

La figure 4.13 montre l'évolution du module sécant dynamique normé par E_0, le module sécant moyen du premier cycle du plus bas niveau de charge de fatigue pour chaque orientation de renfort : 40% de $\sigma_{0,0°}$ pour le $[0°/90°]_7$ et 60% de $\sigma_{0,45°}$ pour le $[\pm45°]_7$. Par conséquent, l'évolution du module sécant dynamique peut être comparée entre les niveaux de charge pour chaque orientation.

Pour les éprouvettes $[0°/90°]_7$, représentées dans la figure 4.13a, les modules sécants dynamiques pour les niveaux de charge de fatigue de 60%$\sigma_{0,0°}$ et de 80%$\sigma_{0,0°}$ présentent une baisse au premier cycle de 8% et 11%, respectivement, par rapport au module dynamique du niveau de charge de 40%$\sigma_{0,0°}$. Au cours de l'essai, le module dynamique diminue régulièrement pour les trois niveaux de charge de fatigue avec une différence pratiquement constante entre chaque niveau. Juste avant la rupture, ces différences entre les modules dynamiques pour chaque niveau de charge se réduisent ; ainsi la baisse des modules dynamiques résiduels, par rapport au module dynamique initial du niveau 40%$\sigma_{0,0°}$, atteint des valeurs proches pour les différents niveaux de charges : 19% pour le niveau de 40%$\sigma_{0,0°}$, 22% pour le 60%$\sigma_{0,0°}$ et 25% pour le 80%$\sigma_{0,0°}$, soit une différence maximale de 6% entre ces valeurs. Cela représente une diminution moyenne de 22%, ce qui est similaire à celle de composites verre-époxy [Liang et al., 2012]. Contrairement aux des éprouvettes de composite monofilamentaire de chanvre/époxy, le composite tissé ne présente pas une augmentation du module sécant dans les cycles initiaux de fatigue. Cette différence est probablement due à l'influence de l'ondulation des fils dans le tissu sur la rigidité du renfort, comme il a été montré par [Potluri and Thammandra, 2007].

Pour les éprouvettes $[\pm45°]_7$, les modules sécants dynamiques pour les niveaux de charge de fatigue de 75%$\sigma_{0,45°}$ et de 90%$\sigma_{0,45°}$ ont une perte initiale de 4% et 23%, respectivement, par rapport au module

dynamique du niveau de charge de 60%$\sigma_{0,45°}$ (Figure 4.13b). Au cours de l'essai, les modules dynamiques pour les trois niveaux de charge diminuent de façon plus accélérée que pour les éprouvettes $[0°/90°]_7$. Les différences entre les modules pour chaque niveau se réduisent, en particulier la différence des modules entre le niveau 60%$\sigma_{0,45°}$ et le 75%$\sigma_{0,45°}$ est quasiment inexistante dans la deuxième partie de l'essai. A la rupture, l'écart entre les modules pour les trois niveaux est pratiquement négligeable, moins de 2%, et la diminution moyenne du module sécant dynamique est de 60%, ce qui est également similaire à celle de composites [±45°] verre-époxy [Liang et al., 2012].

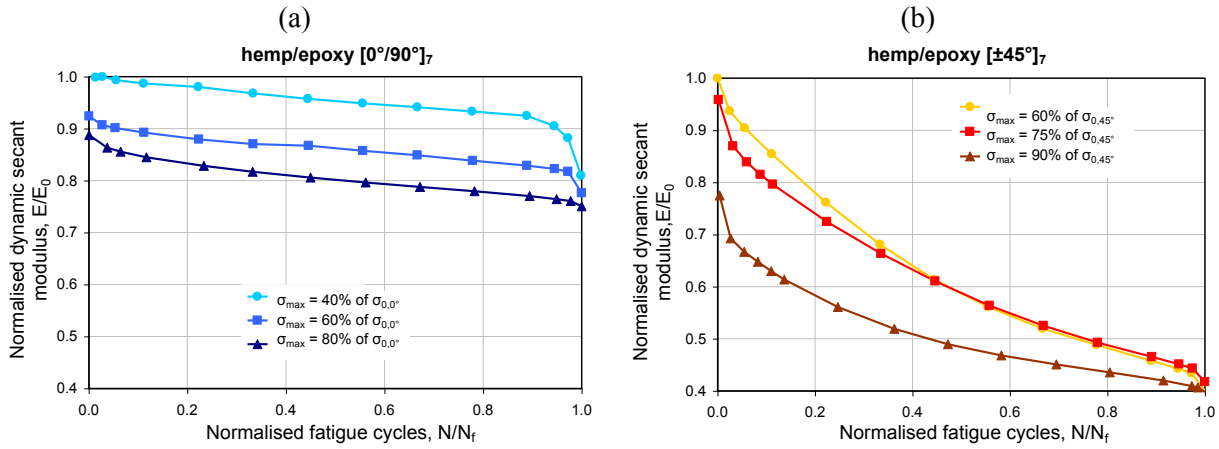


Figure 4.13 - Evolution du module sécant dynamique au cours des essais de fatigue sur les composites (a) $[0°/90°]_7$ et (b) $[±45°]_7$ en chanvre/époxy.

Les courbes des déformations résiduelles et maximales de chaque cycle (Figure 4.14 et Figure 4.15), ne convergent pas à la fin de l'essai, contrairement aux courbes du module dynamique. Pour les deux types d'orientation du renfort, que ce soit pour la déformation résiduelle ou la déformation maximale, la déformation augmente avec le niveau de charge appliqué et les différences de déformation entre chaque niveau de charge se maintiennent pratiquement constantes.

Pour les éprouvettes $[0°/90°]_7$, la déformation résiduelle moyenne à la rupture est de 0,3% pour le niveau 40%$\sigma_{0,0°}$, 0,5% pour le niveau 60%$\sigma_{0,0°}$ et 0,9% pour le niveau 80%$\sigma_{0,0°}$ (Figure 4.14a). La déformation maximale moyenne évolue de 0,7% jusqu'à 1,0% pour le niveau 40%$\sigma_{0,0°}$, de 0,9% jusqu'à 1,4% pour le niveau 60%$\sigma_{0,0°}$ et de 1,3% jusqu'à 2,2% pour le niveau 80%$\sigma_{0,0°}$ (Figure 4.15a).

Dans le cas des éprouvettes $[±45°]_7$, les déformations atteignent des valeurs plus élevées. La déformation résiduelle moyenne à la rupture est de 1,8% pour le niveau 60%$\sigma_{0,45°}$, 2,3% pour le niveau 75%$\sigma_{0,45°}$ et 2,9% pour le niveau 90%$\sigma_{0,45°}$ (Figure 4.14b). La déformation maximale moyenne évolue de 0,8% jusqu'à 3,5% pour le niveau 60%$\sigma_{0,45°}$, de 0,9% jusqu'à 4,2% pour le niveau 75%$\sigma_{0,45°}$ et de 1,8% jusqu'à 5,2% pour le 90%$\sigma_{0,45°}$ (Figure 4.15a).

Ces différences significatives de l'évolution de ces paramètres dynamiques entre les composites $[0°/90°]_7$ et les $[±45°]_7$ sont à relier au comportement plus ductile des composites $[±45°]_7$, comme indiqué par les essais de traction quasi-statique.

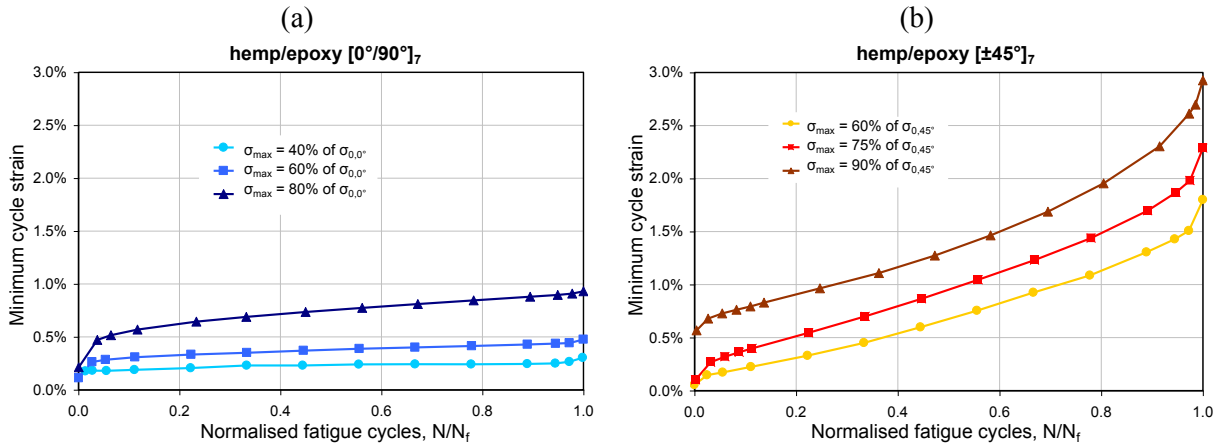


Figure 4.14 - Evolution de la déformation minimale ou résiduelle au cours des essais de fatigue sur les composites (a) $[0°/90°]_7$ et (b) $[\pm45°]_7$ en chanvre/époxy.

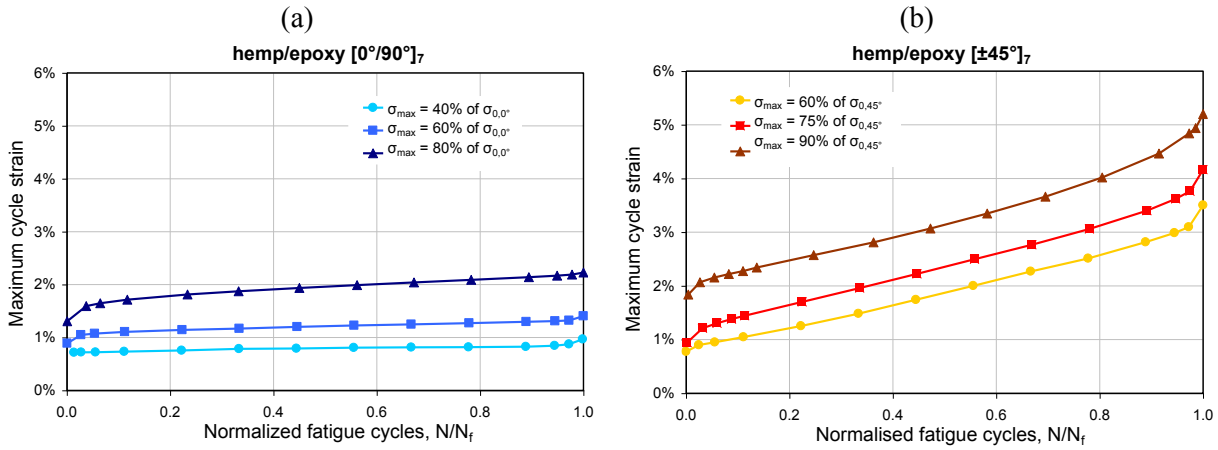


Figure 4.15 - Evolution de la déformation maximale au cours des essais de fatigue sur les composites (a) $[0°/90°]_7$ et (b) $[\pm45°]_7$ en chanvre/époxy.

Dans la (Figure 4.16), les trois paramètres dynamiques sont représentés ensemble pour chaque type d'orientation de renfort. Les échelles des axes verticaux sont adaptées à chaque type de composite. Ainsi, on peut observer que toutes ces courbes sont caractérisées par une allure similaire, divisée en trois phases distinctes :

→ I = phase où la pente (en valeur absolue) est initialement importante puis diminue rapidement ;

→ II = phase où la pente est pratiquement constante et moins importante;

→ III = phase où la pente augmente rapidement, jusqu'à la rupture de l'éprouvette.

Cela indique que le développement de l'endommagement pendant l'essai se produit en trois phases distinctes. Comme on l'a vu dans la littérature, ce comportement se retrouve pour de nombreux matériaux composites, comme par exemple des composites à fibres de verre tissé/époxy [Van Paepegem et Degrieck, 2002a] ou des composites à fibres de carbone/époxy [Schulte et al., 1985 ; Toubal et al., 2006 ; Vallons et al., 2007].

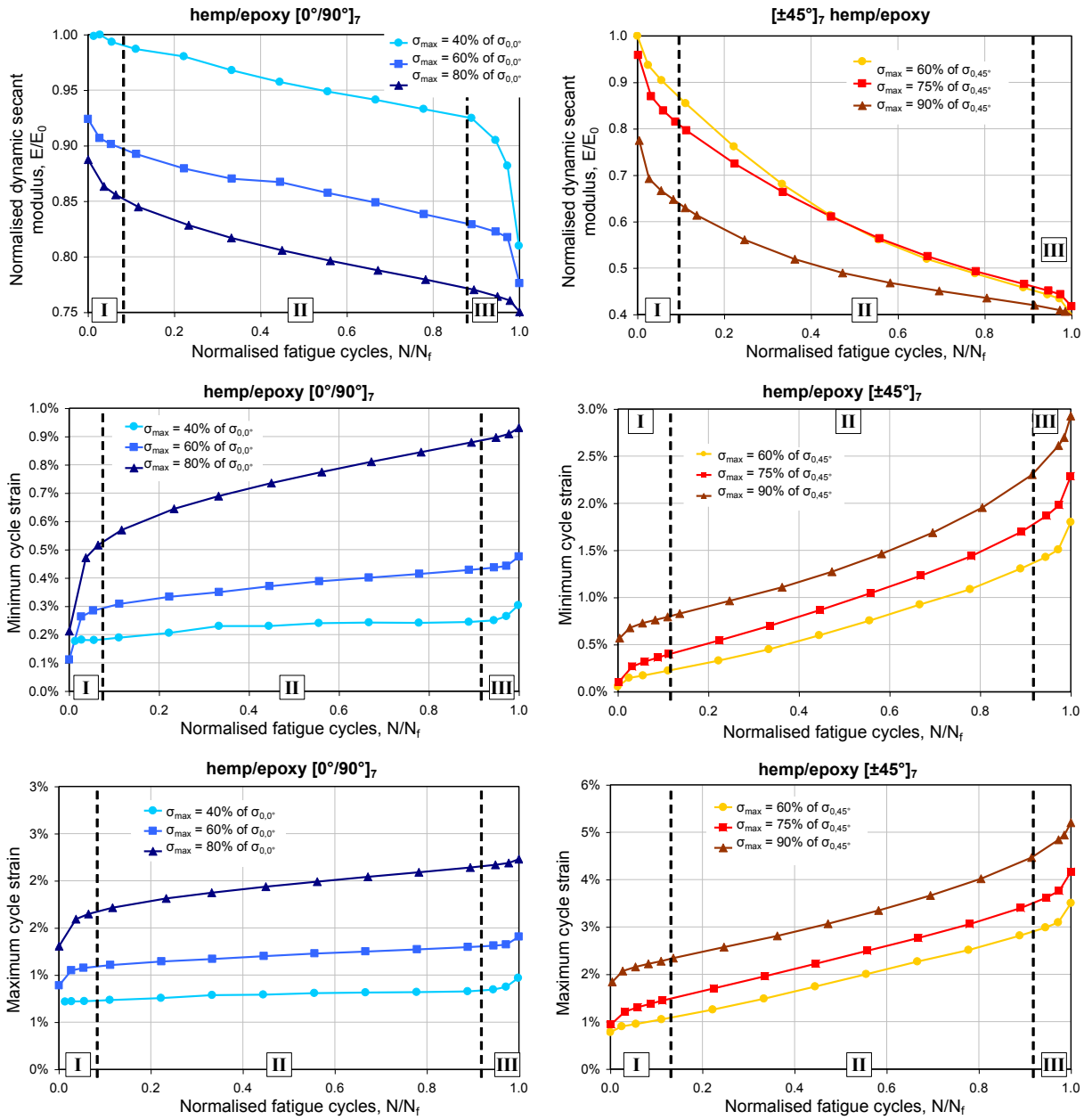


Figure 4.16 - Comparaison de l'évolution des trois paramètres mécaniques suivis pendant les essais de fatigue sur composites $[0°/90°]_7$ et $[\pm45°]_7$ en chanvre/époxy.

III.1.2 Suivi par émission acoustique

Lors des essais de traction monotone, les événements acoustiques (EA) émis par les éprouvettes sont généralement issus de micro-ruptures au sein du matériau. Pour les essais de fatigue, caractérisés par des cycles d'augmentation et de diminution de la charge sur l'éprouvette, il peut arriver que le système d'EA capte aussi des événements acoustiques liés à la refermeture de fissures et au frottement des surfaces entre deux fissures, qui ne correspondent pas à la création de nouveaux endommagements dans le matériau. Pour savoir si les échos captés lors des essais de fatigue sont liés strictement à

l'endommagement de l'éprouvette, une analyse de la position temporelle des échos lors des cycles de fatigue a donc tout d'abord été réalisée.

Les cycles de fatigue sont caractérisés par une montée, qui correspond à l'augmentation de la charge appliquée sur l'éprouvette à partir d'une charge minimale jusqu'à la charge maximale du cycle, puis par une descente, qui correspond à la diminution de la charge pour revenir à la charge minimale initiale. Pour savoir si les échos acoustiques appartiennent à la zone de montée ou de descente, les positions temporelles des échos ont été situées dans les courbes de charge en fonction du temps de chaque cycle (Figure 4.17a). Les cycles ont une durée constante de 1s : la montée de charge a lieu dans la première demi-seconde du cycle et la descente dans la deuxième demi-seconde. Ensuite, à partir de l'information sur la position temporelle des événements acoustiques dans chaque cycle, il a été possible de tracer des graphiques comme celui de la figure 4.17b. Dans ces graphiques, l'axe horizontal représente chaque cycle de l'essai de fatigue, normé par le nombre de cycles à rupture. L'axe vertical représente l'évolution de la charge au cours de chaque cycle : $\sigma_{min} \rightarrow \sigma_{max} \rightarrow \sigma_{min}$. La ligne droite rouge représente la contrainte maximale de l'essai. La zone inférieure à cette ligne rouge représente la région de montée de la charge et la zone supérieure représente la région de descente de la charge. Chaque point du graphique correspond à un événement acoustique de l'essai tracé par rapport à son numéro de cycle et à sa position dans le cycle.

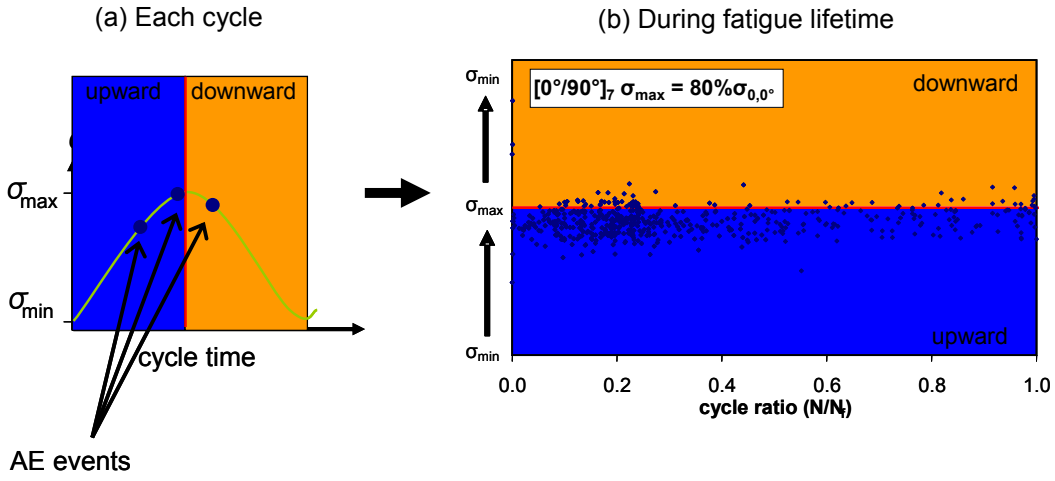


Figure 4.17 - Schéma de détermination de la localisation temporelle des échos acoustiques au cours de chaque cycle de fatigue.

Dans la figure 4.18, le graphique de la figure 4.17b est présenté pour chaque niveau de charge et chaque orientation de renfort. Globalement, la plupart des événements acoustiques sont concentrés autour de la contrainte maximale de chaque essai. Cette concentration est plus évidente sur les courbes de la figure 4.19, qui représentent les histogrammes normés des nombres d'événements acoustiques par rapport à la position sur le cycle de charge. Pour chaque orientation et niveau de charge, 95% des échos se situent dans un intervalle de ±5% autour de σ_{max}.

Ces résultats démontrent que les événements acoustiques enregistrés lors de ces essais de fatigue sont liés principalement à l'endommagement de l'éprouvette, car le nombre d'événements lors de la descente, normalement reliés à la refermeture des fissures, et au début de la remontée, reliés au frottement des fissures [Kotsikos et al., 2000], est négligeable.

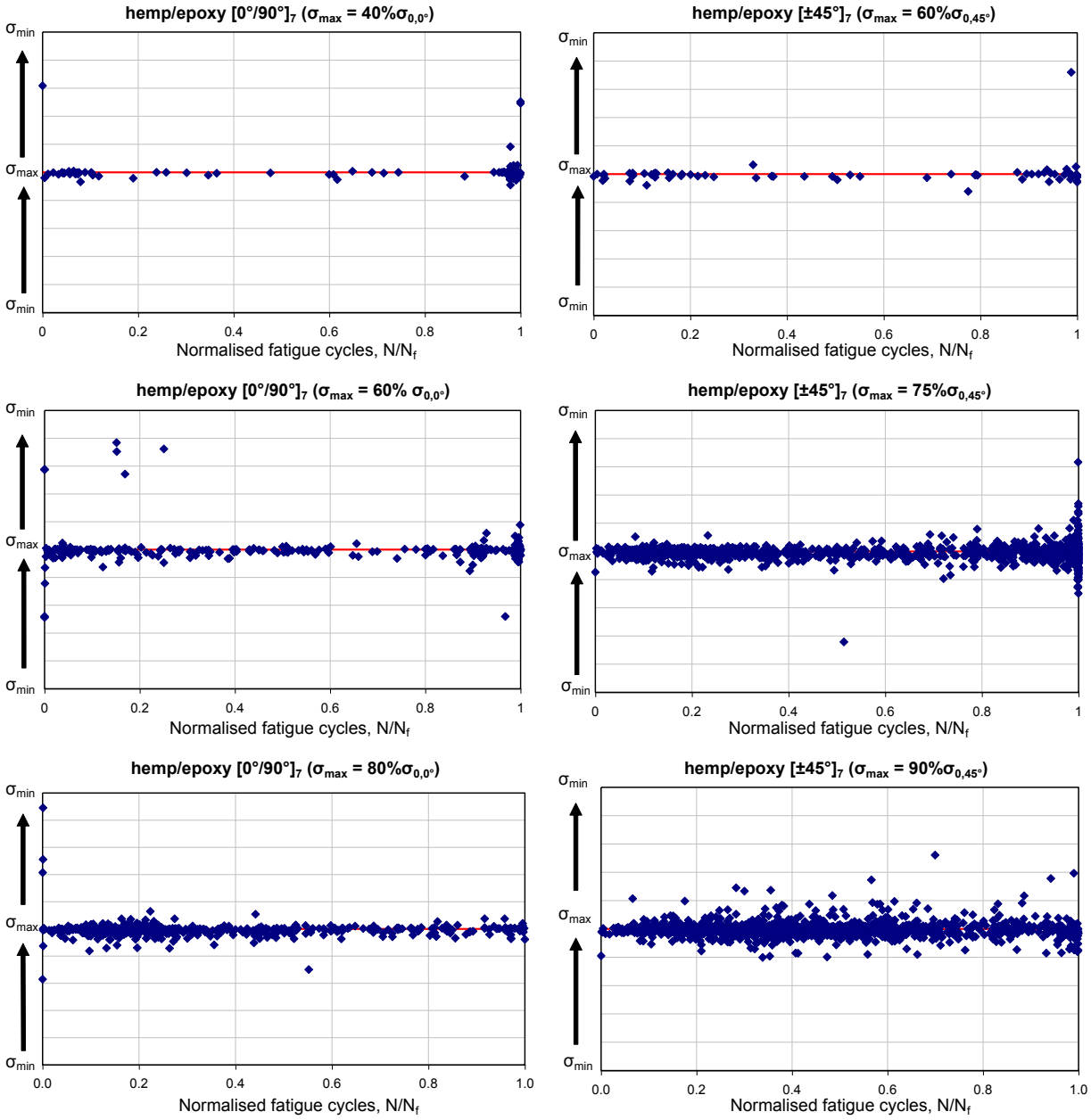


Figure 4.18 - Localisation temporelle de chaque événement acoustique par rapport à la charge appliquée au cours des cycles de fatigue sur composites $[0°/90°]_7$ et $[\pm45°]_7$ en chanvre/époxy.

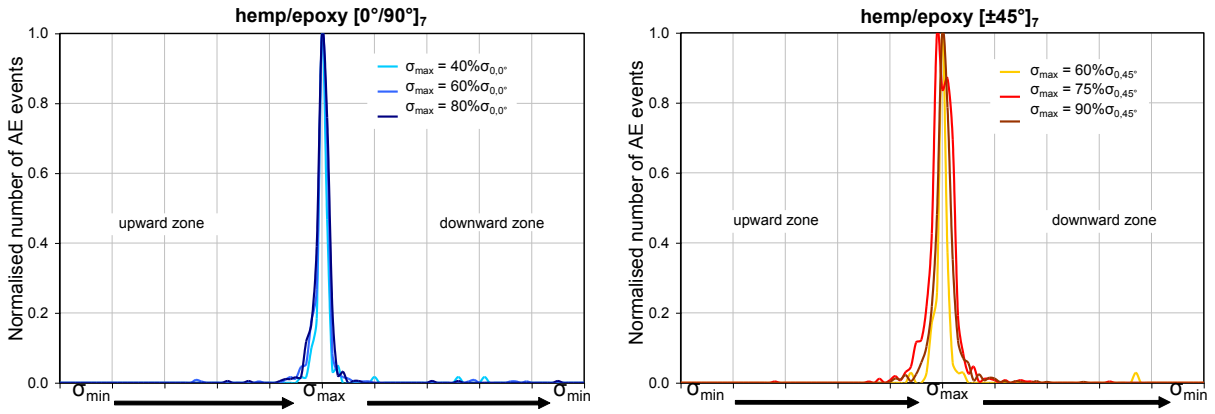


Figure 4.19 - Histogrammes de la localisation temporelle de chaque événement acoustique par rapport à la charge appliquée au cours des cycles de fatigue sur composites $[0°/90°]_7$ et $[\pm45°]_7$ en chanvre/époxy.

La figure 4.20 montre que pour chaque type d'orientation de renfort, le nombre cumulé total d'événements acoustiques a tendance à augmenter avec le niveau de charge de fatigue appliqué. En comparant les deux types d'orientation, le nombre cumulé total d'évènements acoustiques a le même ordre de grandeur pour le premier niveau de charge de fatigue ($40\%\sigma_{0,0°}$ pour le $[0°/90°]_7$ et $60\%\sigma_{0,45°}$ pour le $[\pm45°]_7$). Pour les deux autres niveaux de charge, le nombre cumulé total d'évènements acoustiques des éprouvettes $[\pm45°]_7$ est bien supérieur à celui des éprouvettes $[0°/90°]_7$. Pour les éprouvettes $[\pm45°]_7$, ces deux niveaux de charge sont relatifs à la deuxième zone de la courbe du comportement mécanique en traction quasi-statique (Figure 3.50b), zone où l'endommagement se développe le plus, comme ceci a été montré par le suivi des événements acoustiques en traction quasi-statique, également présenté sur la figure 3.50b.

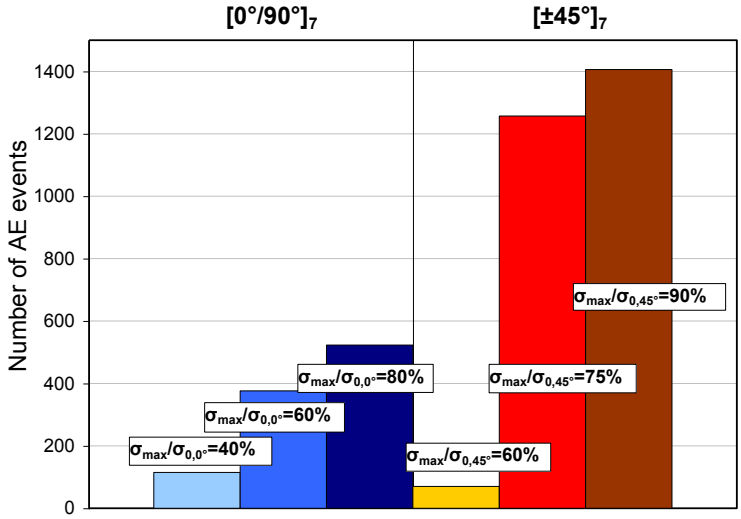


Figure 4.20 - Nombre total d'événements acoustiques enregistrés sur les composites chanvre/époxy par type d'éprouvette et niveau de charge de fatigue.

L'évolution de l'endommagement suivi par le système d'émission acoustique est illustrée par les courbes de la figure 4.21, où le nombre cumulé des événements acoustiques est tracé en fonction des

cycles de fatigue (normés par le nombre de cycles à rupture), pour une éprouvette de chaque type d'orientation de renfort et de chaque niveau de charge appliquée.

Pour l'ensemble de ces courbes, l'évolution des événements acoustiques est en accord avec celle des paramètres mécaniques (Figure 4.16), car on retrouve les trois phases :

→ I = phase où la pente initiale est importante;
→ II = phase où la pente est pratiquement constante et moins importante;
→ III = phase où la pente augmente rapidement, jusqu'à la rupture de l'éprouvette.

On peut noter que la limite entre les phases I et II est toujours située entre 10% et 30% de N_f, et celle entre les phases II et III aux environs de 90% de N_f. Les changements de phase au cours des essais de fatigue varient donc assez peu quels que soient l'orientation du renfort, le niveau de charge appliquée et la technique de mesure (paramètres mécaniques ou émission acoustique).

La figure 4.22 présente l'évolution de l'énergie absolue cumulée (en échelle logarithmique) des événements acoustiques en fonction du nombre normé de cycles de fatigue pour une éprouvette de chaque orientation de renfort et de chaque niveau de charge appliquée. Dans ces graphes, on retrouve bien les trois phases du comportement en fatigue. Cela montre que les phases I et III sont caractérisées par une forte augmentation de l'énergie cumulée des événements acoustiques enregistrés, et que la phase II est caractérisée par une augmentation pratiquement négligeable de l'énergie absolue cumulée. Les hausses relatives de l'énergie cumulée lors des phases I et III (Figure 4.22) étant nettement supérieures à celles déterminées sur le nombre d'événements acoustiques (Figure 4.21), on peut conclure que les phases I et III sont constituées d'endommagements de plus haute énergie et que la phase II est constituée d'endommagements de plus faible énergie.

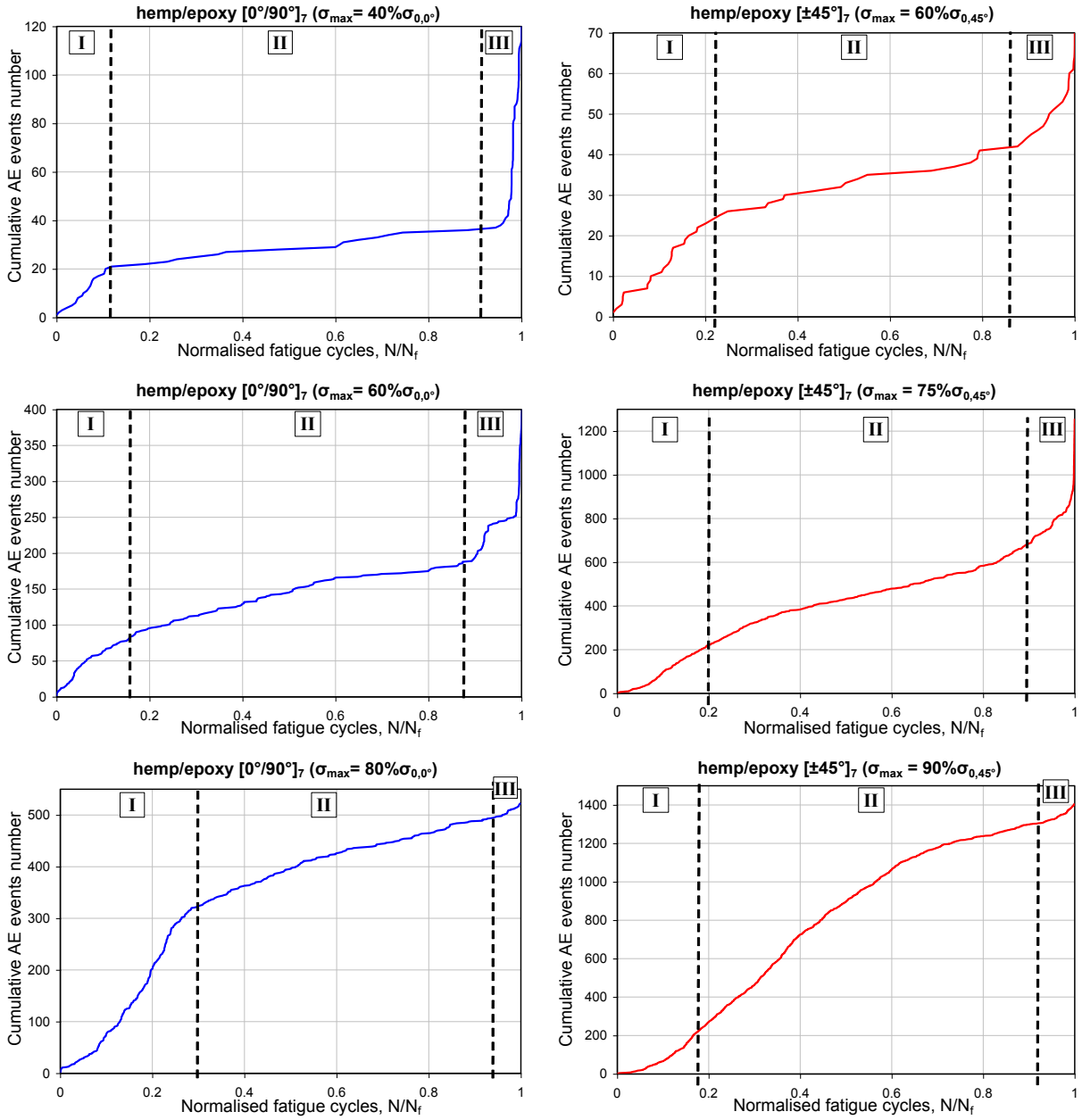


Figure 4.21 - Nombre cumulé d'événements acoustiques en fonction du nombre normé des cycles de fatigue, pour une éprouvette de chaque type d'orientation de renfort et de chaque niveau de charge appliquée.

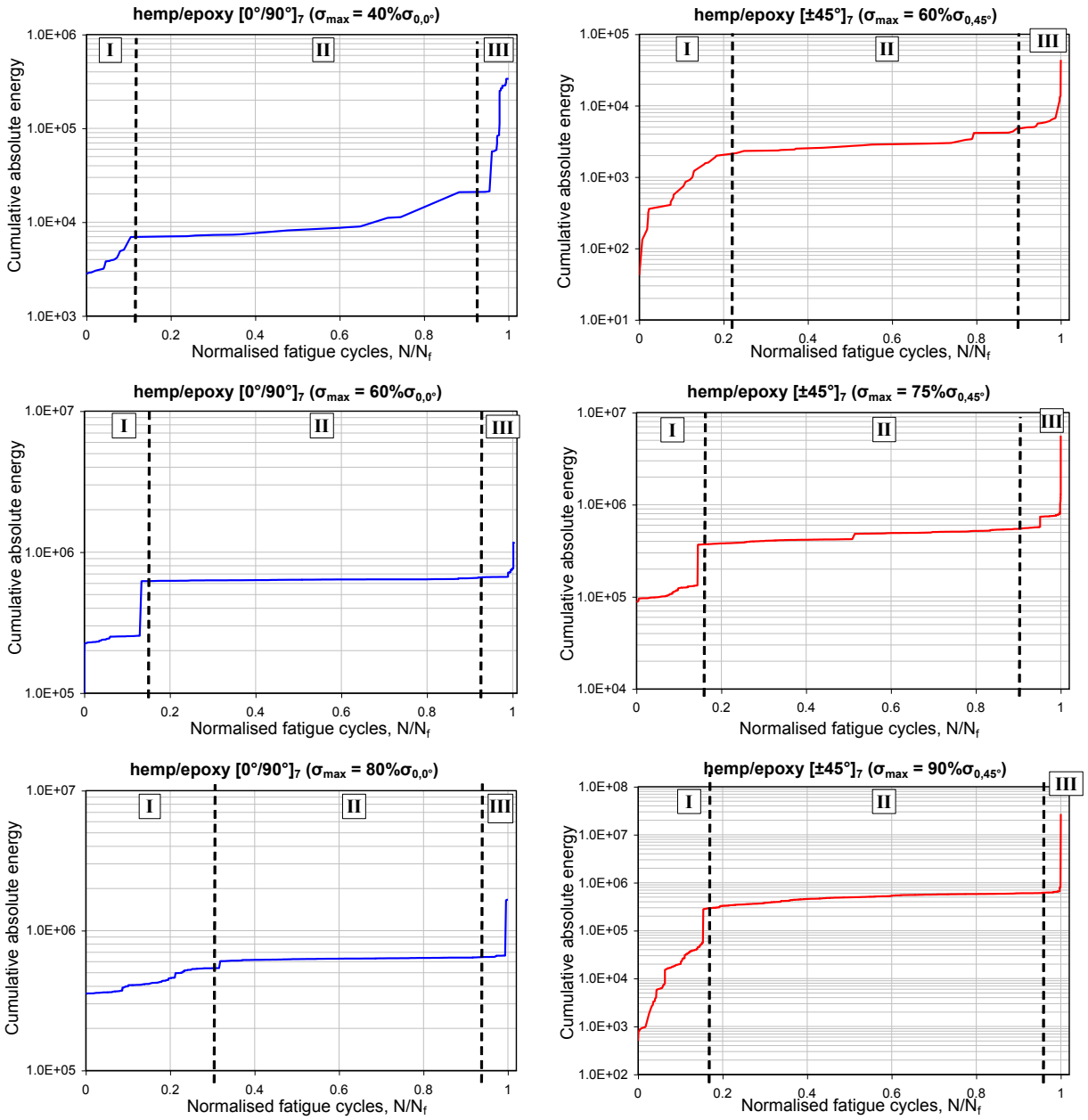


Figure 4.22 - Energie absolue cumulée des signaux acoustiques en fonction du nombre normé des cycles de fatigue, pour une éprouvette de chaque type d'orientation de renfort et de chaque niveau de charge appliquée.

III.1.3 Suivi par thermographie infrarouge

Le suivi du champ de température à la surface de quelques éprouvettes pendant les essais de fatigue, réalisé avec la caméra infrarouge, a révélé un échauffement localisé. La figure 4.23 montre cette évolution dans la première moitié de la durée de vie en fatigue d'une éprouvette $[0°/90°]_7$ testée à $80\%\sigma_{0,0°}$. Systématiquement, pour chaque éprouvette suivie par thermographie infrarouge, la rupture finale s'est produite dans des zones de plus fort échauffement, comme on peut le voir dans la figure 4.24 pour une éprouvette $[0°/90°]_7$ (a) et une $[\pm45°]_7$ (b).

L'échauffement de l'éprouvette en fatigue est principalement dû à la création d'endommagements, qui libère de l'énergie, et aussi à des frottements internes des fissures orientées selon l'axe de traction [Toubal et al., 2006 ; Garnier et al., 2013]. Par conséquent, l'échauffement de la surface des éprouvettes pendant les essais de fatigue est aussi un indicateur d'endommagement.

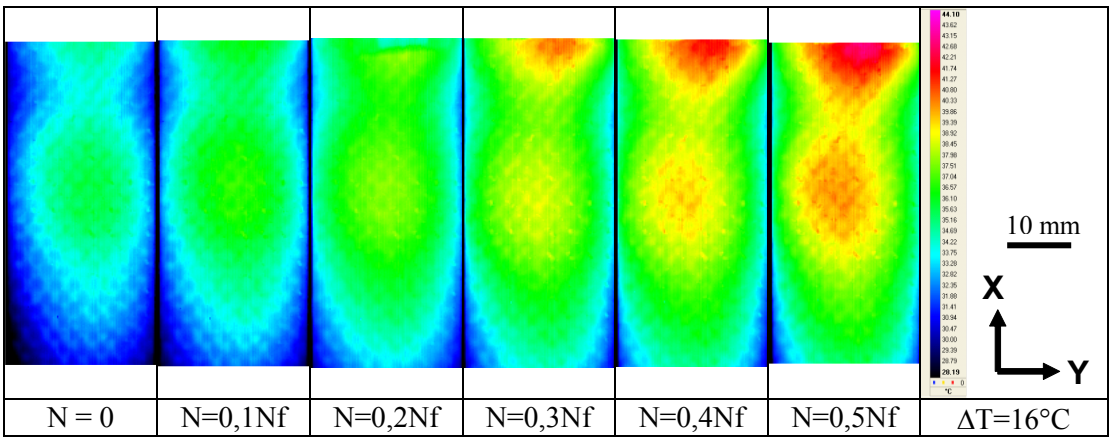


Figure 4.23 - Evolution de la température à la surface d'une éprouvette chanvre/époxy $[0/90]_7$ au cours d'un essai de fatigue à 80%$\sigma_{0,0°}$.

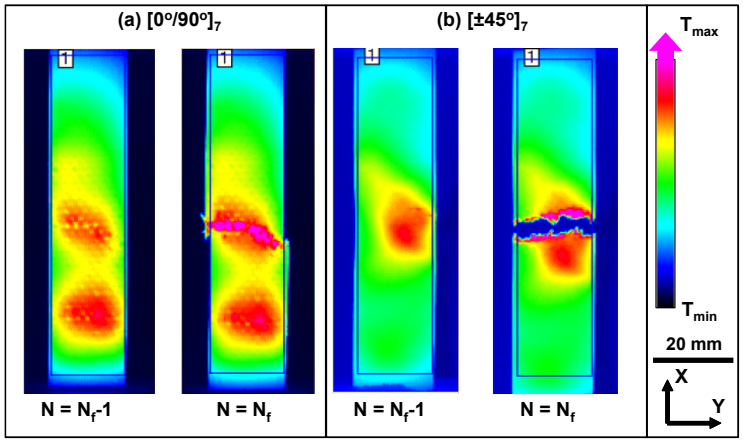


Figure 4.24 - Champs de température à la surface d'éprouvettes chanvre/époxy (a)$[0/90]_7$ et (b)$[\pm45°]_7$ juste avant et après rupture en fatigue.

Afin de pouvoir réaliser des comparaisons quantitatives des mesures par infrarouge (IR), une courbe caractéristique *ΔT-X*, juste avant rupture, a été déterminée pour chaque éprouvette étudiée par la méthode suivante. La figure 4.25 montre un exemple de la représentation 3D des données de champ de température obtenues à partir de mesures IR. Le plan horizontal représente la surface de l'éprouvette, où la longueur de la zone utile est représentée sur l'axe X et la largeur est représentée sur l'axe Y. L'axe vertical représente la température mesurée en chaque point de la surface de l'éprouvette. Dans le plan vertical XZ, est représentée l'enveloppe des valeurs maximales de la température atteintes pour chaque valeur de X. Pour chaque éprouvette, la température globale minimale de la surface est soustraite de

chaque enveloppe de température maximale, ce qui permet de tracer les écarts maximaux de température (ΔT) à la surface de l'éprouvette suivant l'axe longitudinal X (Figure 4.26).

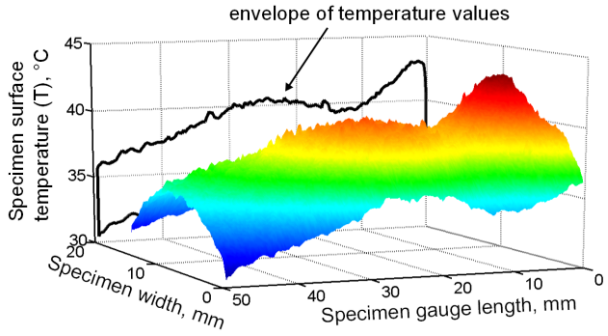


Figure 4.25 - Détermination de l'enveloppe de température maximale à la surface des éprouvettes ; exemple sur $[\pm 45°]_7$ chanvre /époxy pour 75%$\sigma_{0,45°}$, juste avant rupture.

La figure 4.26 présente la comparaison des courbes ΔT-X obtenues pour les éprouvettes $[\pm 45°]_7$ testées avec un niveau de charge de fatigue de 60%$\sigma_{0,45°}$ et de 75%$\sigma_{0,45°}$ et pour les éprouvettes $[0°/90°]_7$ testées avec un niveau de charge de fatigue de 60%$\sigma_{0,0°}$ et de 80%$\sigma_{0,0°}$. Pour les éprouvettes $[0°/90°]_7$, la valeur moyenne de ΔT est d'environ 3°C pour un niveau de charge de fatigue de 60%$\sigma_{0,0°}$ et d'environ 9°C pour 80%$\sigma_{0,0°}$. Pour les éprouvettes $[\pm 45°]_7$ la valeur moyenne de ΔT est d'environ 14°C pour un niveau de charge de fatigue de 60%$\sigma_{0,45°}$ et d'environ 18°C pour 75%$\sigma_{0,45°}$. Cette comparaison montre que l'augmentation de la température sur la surface des éprouvettes est plus élevée pour les niveaux de charge de fatigue plus élevés. De plus, l'échauffement est plus important pour les éprouvettes $[\pm 45°]_7$ que pour les $[0°/90°]_7$, ce qui peut être lié logiquement au nombre plus élevé des endommagements internes, comme ceci a été montré par le suivi par émission acoustique (Figure 4.20).

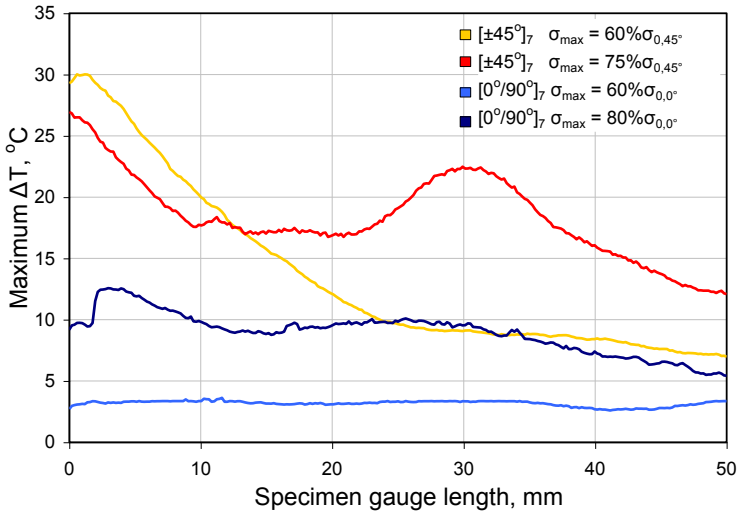


Figure 4.26 - Comparaison des enveloppes de la température maximale de la surface des éprouvettes chanvre/époxy juste avant rupture.

III.2 Mécanismes d'endommagement

III.2.1 Classification des signaux acoustiques par type d'endommagement

Les événements acoustiques ont été classés en trois familles en fonction des paramètres d'onde de chaque écho. Chacune de ces familles est associée à un type d'endommagement de ce composite de tissu de chanvre et résine époxy [Bonnafous, 2010 ; Bonnafous et al., 2010]:

→ Fissures dans la résine

→ Endommagement de l'interface fil/résine

→ Rupture de fibres de chanvre

Cette procédure de classification des événements acoustiques est détaillée dans le Chapitre V de la PARTIE 2.

L'évolution du nombre cumulé d'événements acoustiques pour chacune de ces trois familles de mécanismes d'endommagement est présentée dans la figure 4.27, pour une éprouvette de chaque type d'orientation de renfort et pour chaque niveau de charge appliquée. Pour toutes ces courbes, le nombre cumulé des événements acoustiques liés à l'endommagement de la résine est le plus important. Le deuxième est le nombre cumulé des événements liés à l'interface, et le moins important est le nombre cumulé relatif aux endommagements de fibres. Les courbes relatives aux endommagements de la résine et de l'interface ont des allures semblables et présentent les trois phases identifiées sur l'évolution du nombre cumulé total (Figure 4.21) et sur l'évolution des paramètres mécaniques (Figure 4.16).

Le nombre cumulé relatif aux événements liés à l'endommagement des fibres est pratiquement négligeable pour les éprouvettes $[\pm 45°]_7$, avec un niveau un peu plus élevé pour le niveau de charge maximal de $90\%\sigma_{0,45°}$. Les résultats d'émission acoustiques obtenus sur les éprouvettes $[\pm 45°]_7$ peuvent s'expliquer par le fait que ce type d'éprouvette, de par l'orientation des renforts, est principalement sollicité en cisaillement.

Pour les éprouvettes $[0°/90°]_7$, les événements relatifs aux ruptures de fibres sont significatifs. Pour les niveaux de charge de fatigue de $60\%\sigma_{0,0°}$ et $80\%\sigma_{0,0°}$, ces événements ont lieu pendant les phases initiale (I) et finale (III) présentées auparavant (Figure 4.16 et Figure 4.21). Pour le niveau de charge de $40\%\sigma_{0,0°}$, ces événements n'apparaissent que dans la phase finale (III), proche de la rupture.

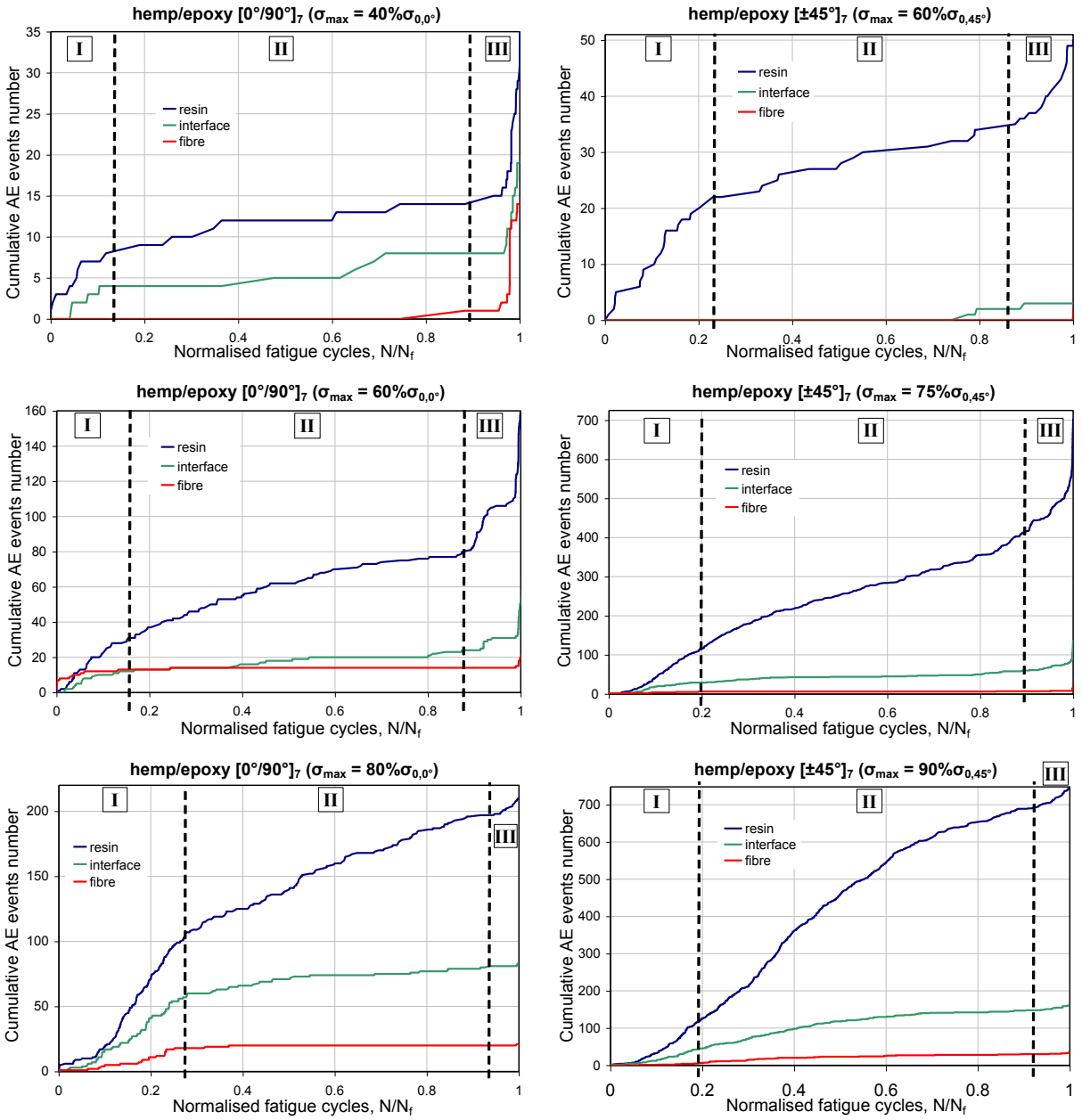


Figure 4.27 - Nombre cumulé des événements acoustiques par type d'endommagement en fonction du nombre normé des cycles de fatigue pour une éprouvette de composite chanvre/époxy de chaque type d'orientation de renfort et pour chaque niveau de charge appliquée.

III.2.2 Observation des endommagements

Un appareil photo à haute résolution a été utilisé au cours des essais de fatigue afin de réaliser des images de la surface de l'éprouvette à différents moments de l'essai. Cela a permis l'observation de l'évolution de l'endommagement à la surface de l'éprouvette, facilitée par la transparence de la résine époxy. Quelques images sont présentées dans la figure 4.28, pour une éprouvette $[0°/90°]_7$ testée avec un niveau de charge de $60\%\sigma_{0,0°}$, et dans la figure 4.29, pour une éprouvette $[\pm45°]_7$ testée avec un niveau de charge de $75\%\sigma_{0,45°}$. Dans ces deux figures, une image de l'éprouvette non endommagée,

correspondant donc à un nombre de cycles nul (*N=0*), est comparée avec des images prises pendant l'essai de fatigue.

Pour les deux types de composite, on voit l'apparition de traits blancs sur la surface des éprouvettes, qui sont liés aux fissures de la résine transparente. Ces traits sont distribués dans toute la zone observée de chaque éprouvette. Ils commencent à apparaître dès les premiers cycles de fatigue et sont apparemment plus nombreux aux derniers cycles.

Pour les composites du type $[0°/90°]_7$ (Figure 4.28), il y a des traits orientés à 90° par rapport à l'axe de traction, qui se trouvent systématiquement au-dessus des fils de trame. De plus, aux extrémités de ces traits, on observe des traits orientés à 0° par rapport à l'axe de traction.

Pour les composites du type $[\pm45°]_7$ (Figure 4.29), on retrouve des traits dans les deux directions du renfort (à ±45° par rapport à l'axe de traction), qui semblent se rejoindre et s'orienter globalement à 90° par rapport à l'axe de traction, pour les derniers cycles de fatigue.

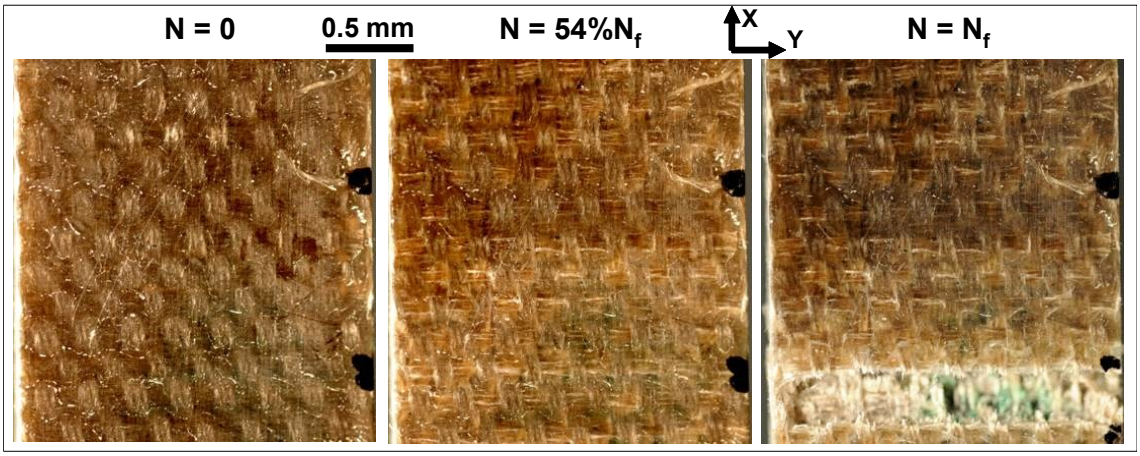


Figure 4.28 - Photos de la surface d'une éprouvette chanvre/époxy $[0°/90°]_7$ testée à 60%$\sigma_{0,0°}$ à différents nombres de cycles de fatigue.

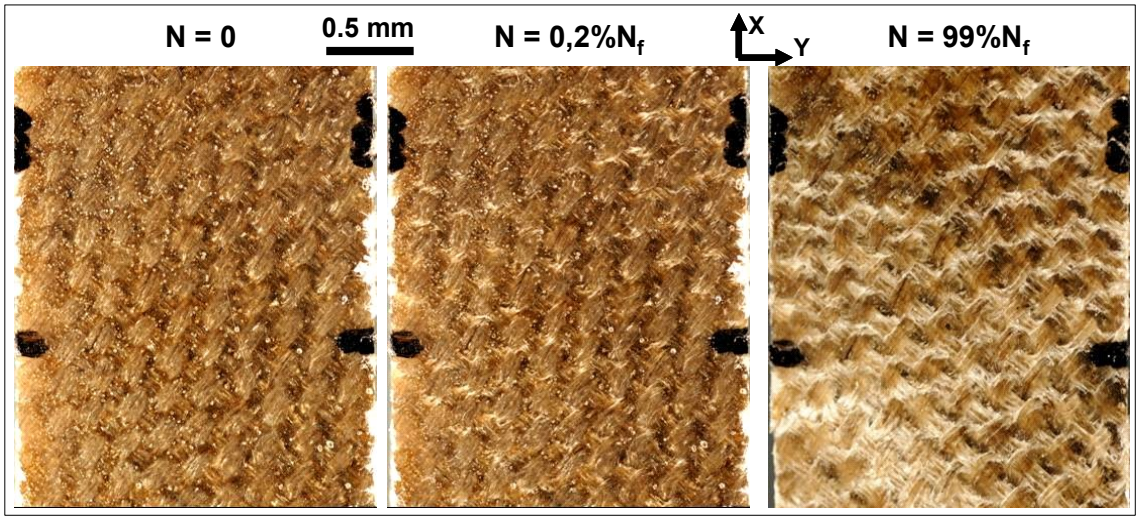


Figure 4.29 - Photos de la surface d'une éprouvette chanvre/époxy $[\pm45°]_7$ testée à 75%$\sigma_{0,45°}$ à différents nombres de cycles de fatigue.

Des observations microscopiques permettent une meilleure caractérisation de ces endommagements sur la surface des éprouvettes. La figure 4.30 montre les photos faites après rupture à l'aide du microscope optique pour une éprouvette $[0°/90°]_7$ testée à $80\%\sigma_{0,0°}$ (a) et une éprouvette $[\pm45°]_7$ testée à $75\%\sigma_{0,45°}$ (b). Sur ces deux photos, les traits blancs se distinguent nettement. Avec un plus gros objectif (Figure 4.31), on a pu constater que ces traits blancs sont situés à l'intérieur de la résine, à proximité de la couche supérieure de tissu. Pour l'éprouvette $[0°/90°]_7$, les traits orientés à 0° occupent toute la surface au-dessus des trois fils des torons dans la direction chaîne. Les traits blancs orientés à 90° se positionnent systématiquement entre deux fils d'un toron dans la direction trame et on peut observer aussi, le long de ces traits blancs, une fine ligne noire correspondant à une fissure matricielle débouchante (Figure 4.32). Pour les éprouvettes $[\pm45°]_7$, les traits blancs dans les deux directions (±45°) sont situés systématiquement entre deux fils (Figure 4.31b), et des fissures matricielles débouchantes (fines lignes noires) sont également visibles (Figure 4.33). Ces fissures débouchantes ont tendance à s'orienter à 90° par rapport à l'axe de traction.

Il est à noter que l'emplacement de ces endommagements correspond aux zones de déformations maximales mesurées par corrélation d'images à la surface des éprouvettes de composite (Chapitre III de la partie 3). Cela montre bien que les endommagements vont se développer préférentiellement dans les zones les plus « faibles » du matériau.

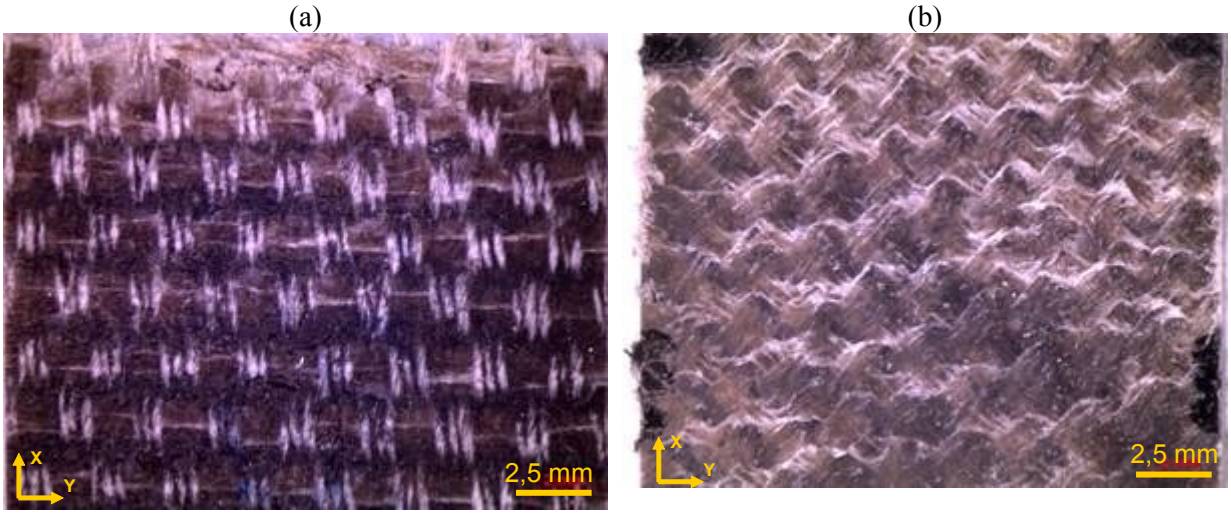


Figure 4.30 - Photos de la surface d'éprouvettes chanvre/époxy après rupture en fatigue : (a) $[0°/90°]_7$ testée à $80\%\sigma_{0,0°}$ et (b) $[\pm45°]_7$ testée à $75\%\sigma_{0,45°}$.

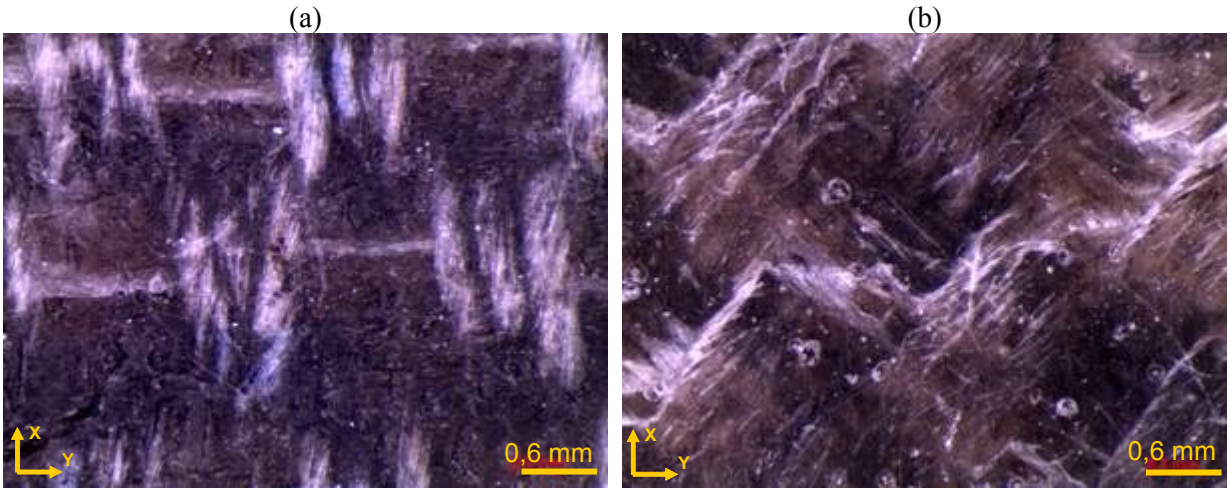


Figure 4.31 - Photos de la surface d'éprouvettes chanvre/époxy après rupture en fatigue : (a) $[0°/90°]_7$ testée à 80%$\sigma_{0,0°}$ et (b) $[\pm45°]_7$ testée à 75%$\sigma_{0,45°}$.

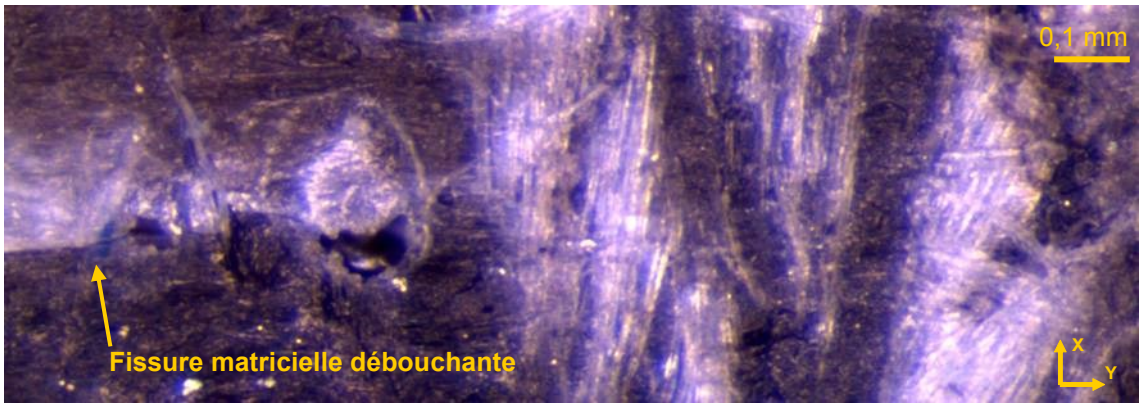


Figure 4.32 - Photos de la surface d'une éprouvette chanvre/époxy $[0°/90°]_7$ après rupture en fatigue à 80%$\sigma_{0,0°}$.

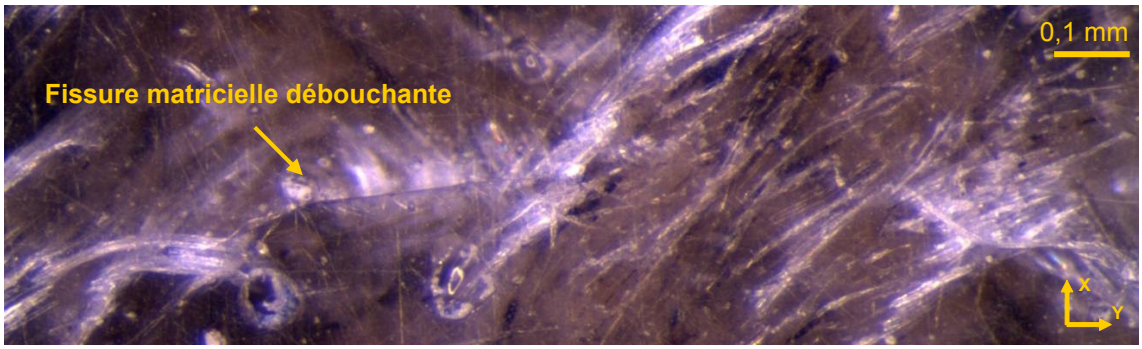


Figure 4.33 - Photos de la surface d'une éprouvette chanvre/époxy $[\pm45°]_7$ après rupture en fatigue à 75%$\sigma_{0,45°}$.

Afin de pouvoir visualiser ces endommagements dans le volume, des observations par microtomographie 3D ont également été effectuées. La figure 4.34 représente un exemple d'images réalisées avec cette technique sur un échantillon d'une éprouvette du composite $[0°/90°]_7$. L'image de la figure (a) est une vue semi-3D de l'échantillon, formée à partir d'images de sections de différents

plans. Les images des sections sont montrées dans les figures (b), (c) et (d), qui représentent les plans (Y,Z), (Z,X) et (Y,X), respectivement. Dans toutes ces images, les fils de chanvre apparaissent en gris clair, la matrice époxy est en gris foncé et les volumes vides en noir. La figure 4.34d met en évidence, dans le pli le plus externe, la présence de multiples fissures matricielles, qui sont perpendiculaires à l'axe de traction (traits noirs). Ces fissures correspondent aux endommagements observés sur la surface des éprouvettes au cours des essais de fatigue (fines lignes noires orientées à 90° sur la figure 4.31 et la figure 4.32). Cette image de microtomographie confirme que ces fissures sont systématiquement placées au-dessus des fils de trame. Un grossissement des images de chaque plan de section (Figure 4.35) confirme que ces fissures se placent plus précisément entre deux fils du toron dans la direction trame du pli de tissu le plus externe (Figure 4.35b).

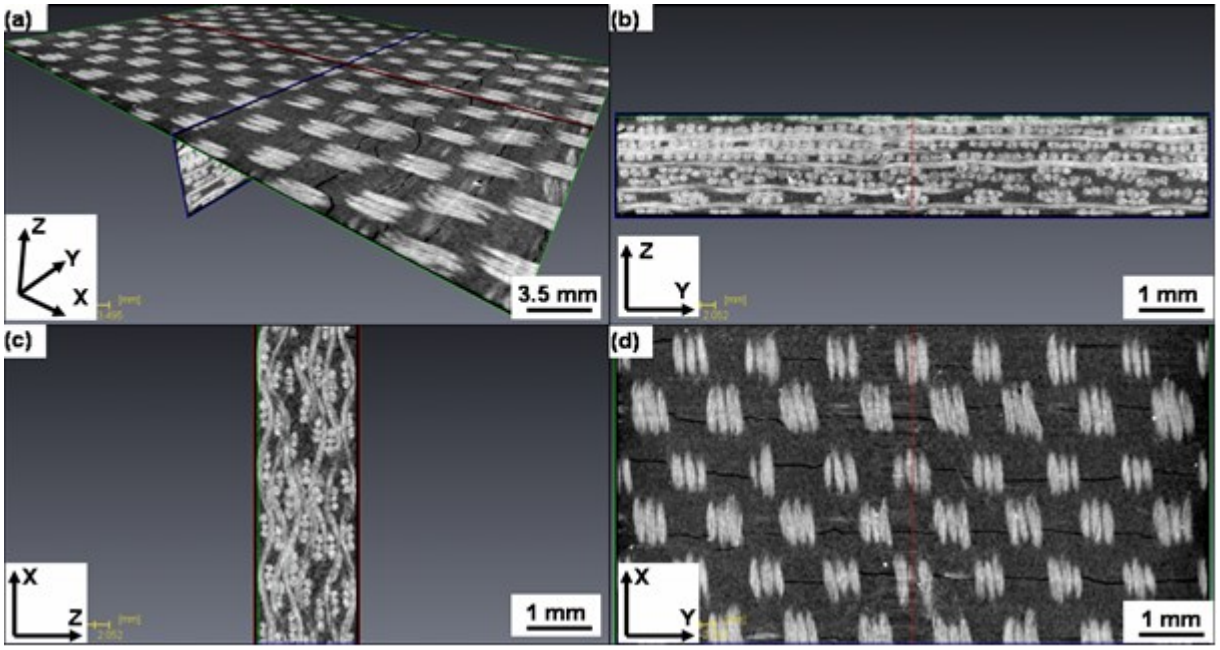


Figure 4.34 - Microtomographie 3D d'un échantillon d'une éprouvette chanvre/époxy $[0°/90°]_7$ après rupture en fatigue à 80%$\sigma_{0,0°}$ (résolution de 14,8 µm/voxel).

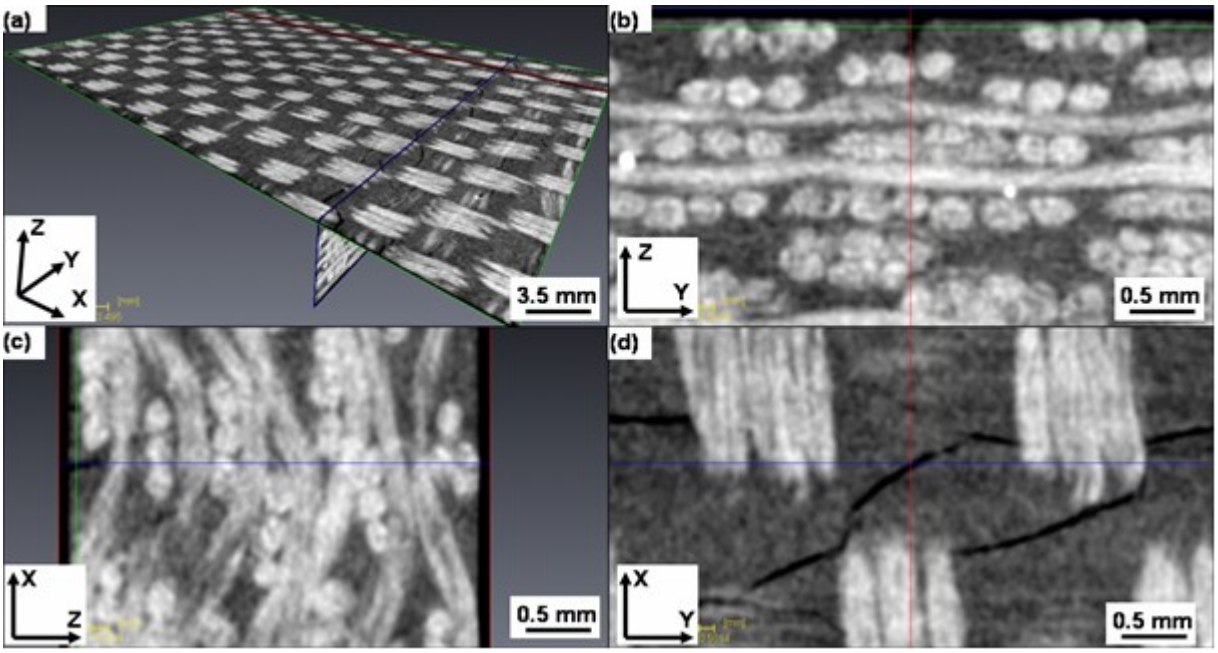


Figure 4.35 - Microtomographie 3D d'un échantillon d'une éprouvette chanvre/époxy $[0°/90°]_7$ après rupture en fatigue à 80%$\sigma_{0,0°}$ (résolution de 14,8 µm/voxel).

Sur les observations par micro-tomographie en 3D des éprouvettes du type $[\pm 45°]_7$ (Figure 4.36), on retrouve des fissures matricielles débouchantes qui ont tendance à s'orienter à 90° par rapport à l'axe de traction, ce qui confirme les résultats des observations microscopiques pour ce type d'orientation (Figure 4.33). Les images de microtomographie montrent que ces fissures débouchantes sont reliées à des fissures aux interfaces fil/résine (Figure 4.36b).

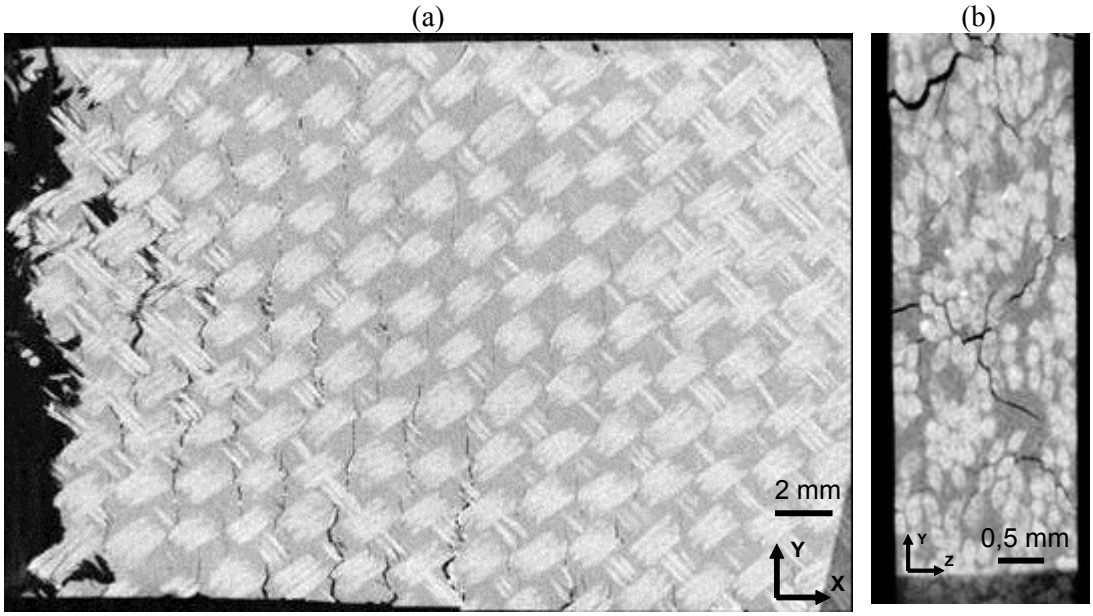


Figure 4.36 - Microtomographie 3D d'un échantillon d'une éprouvette chanvre/époxy $[\pm 45°]_7$ après rupture en fatigue à 75%$\sigma_{0,45°}$ (résolution de 14,8 µm/voxel).

La figure 4.37 montre un exemple de microtomographie réalisée à l'ESRF avec une résolution de 0,7 µm/pixel. Dans cette image, on peut distinguer les sections des fibres de chanvre (en gris clair) qui forment chaque fil. La résine époxy apparaît en gris (moins clair que le gris des fibres) et imprègne aussi l'intérieur des fils de chanvre. Les volumes vides, qui dans ce cas correspondent à des fissures, sont représentés en noir ou gris foncé.

Dans la figure 4.37, on observe que les fissures se situent principalement autour des fils de chanvre, à la frontière avec la résine extérieure au fil. Ces fissures contournent un ou plusieurs fils d'un même toron (1) et correspondent aux traits blancs visualisés à la surface des éprouvettes, sur les torons de fils (Figure 4.31, Figure 4.32 et Figure 4.33). De plus, on retrouve aussi des fissures matricielles (2), plus larges, qui sont reliées aux fissures situées autour des fils de chanvre (1).

Un zoom sur la fissure à la frontière du fil (Figure 4.38) montre que cette fissure est constituée par des décohésions fibre/matrice (3) et aussi par des fissures matricielles entre fibres (4). Comme chaque endommagement de l'interface fil/résine est directement lié à des fissures matricielles, chaque écho d'émission acoustique résultant d'un endommagement de l'interface sera, à priori, associé à au moins un écho provenant d'une fissuration matricielle. Cela expliquerait la similitude des courbes du nombre cumulé de ces deux types d'évènements acoustiques (Figure 4.27).

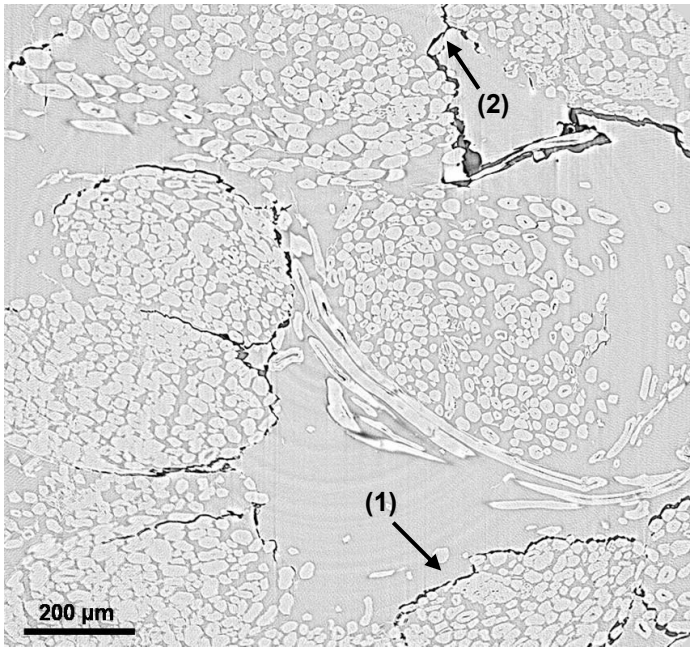


Figure 4.37 - Microtomographie 3D d'un échantillon d'une éprouvette chanvre/époxy $[\pm 45°]_7$ après rupture en fatigue à 75%$\sigma_{0,45°}$ (résolution de 0,7 µm/pixel).

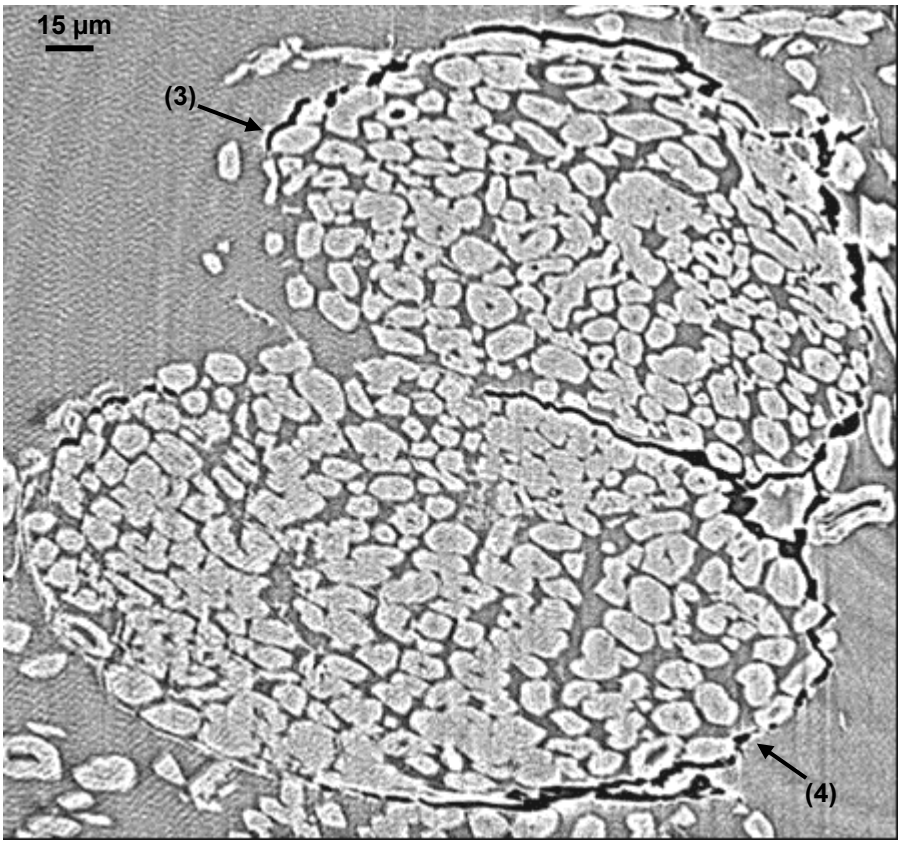


Figure 4.38 - Microtomographie 3D d'un échantillon d'une éprouvette chanvre/époxy $[\pm 45°]_7$ après rupture en fatigue à 75%$\sigma_{0,45°}$ (résolution de 0,7 µm/pixel).

III.2.3 Proposition de scénario d'endommagement

Les analyses et observations des éprouvettes testées en fatigue ont permis d'identifier les endommagements occasionnés par ce type de chargement. Ces endommagements identifiés sont représentés, schématiquement, dans la figure 4.39 pour les éprouvettes $[0°/90°]_7$, et dans la figure 4.40 pour les éprouvettes $[\pm 45°]_7$. Dans ces figures, on représente des petites zones de section droite dans l'épaisseur de l'éprouvette, proches de la surface. L'éprouvette $[0°/90°]_7$ est représentée par une section selon le plan XZ et une selon le plan YZ. L'éprouvette $[\pm 45°]_7$ n'est représentée que par une seule section selon le plan YZ, étant donnée la symétrie de l'orientation du renfort. Les endommagements identifiés sont représentés par la couleur rouge et les lettres de A à E indiquent les différents types d'endommagement, qui sont détaillés dans la suite.

Endommagements de type A et de type B

Ce sont des fissures à l'interface fil/résine, identifiées à partir des observations par microtomographie (Figure 4.37 et Figure 4.38). La différence entre le type A et le type B est la localisation par rapport au fil ; les fissures du type A sont celles qui contournent les fils et les fissures du type B sont celles situées entre deux fils d'un même toron.

Pour les éprouvettes $[0°/90°]_7$, les fissures du type A ont été observées, systématiquement, sur les trois fils des torons dans la direction chaîne (orientés à 0° par rapport à l'axe de traction). Ces fissures sont identifiées par les zones blanches sur les fils de chaîne dans les photos de la surface de l'éprouvette (Figure 4.30a, Figure 4.31a et Figure 4.32). Les fissures du type B ont été localisées entre les fils de torons dans la direction trame et correspondent aux zones blanches orientées à 90° par rapport à l'axe de traction sur les photos de la surface de l'éprouvette (Figure 4.30a, Figure 4.31a et Figure 4.32).

Pour les éprouvettes $[\pm45°]_7$, ces deux types de fissures ont été observés sur les deux types de torons de fils (chaîne et trame), ce qui est probablement dû à la symétrie de l'orientation des torons par rapport à l'axe de traction (±45°) (Figure 4.30b, Figure 4.31b et Figure 4.33).

Endommagements de type C et de type D

Ce sont des fissures matricielles, observées sur les photos de surface (Figure 4.31 à Figure 4.33) et sur les images de microtomographie (Figure 4.34 à Figure 4.37). On sépare ces fissures matricielles en type C (fissures internes) et type D (fissures débouchantes). Les fissures du type C sont systématiquement reliées aux fissures d'interface fil/résine (type A et type B). Ces fissures sont orientées à 90° par rapport à l'axe de traction sur les éprouvettes $[0°/90°]_7$, et orientées à ±45°, suivant l'orientation des fils du renfort, sur les éprouvettes $[\pm45°]_7$. Les fissures du type D sont le prolongement en surface des fissures internes de la matrice, et sont orientées pratiquement à 90° par rapport à l'axe de traction pour les deux types d'éprouvettes (Figure 4.34 et Figure 4.36).

Endommagement du type E

L'endommagement du type E représente les ruptures de fibres, identifiées par émission acoustique (Figure 4.27), principalement présentes dans les éprouvettes $[0°/90°]_7$. Nous faisons l'hypothèse que ces ruptures ne concernent que les fibres des fils de chaîne, orientées à 0° par rapport à l'axe de traction, car ce sont les fibres les plus sollicitées. Ce type d'endommagement n'est pas visible par microtomographie X avec la résolution de 14,8 µm/pixel.

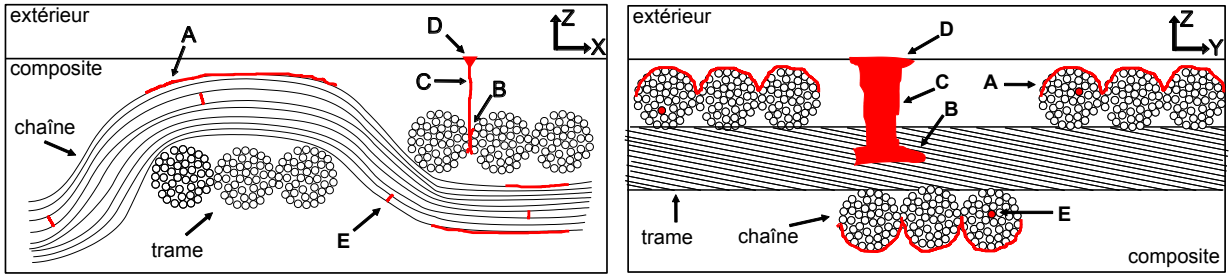


Figure 4.39 - Schéma des mécanismes d'endommagement identifiés sur les éprouvettes chanvre/époxy $[0°/90°]_7$ testées en fatigue.

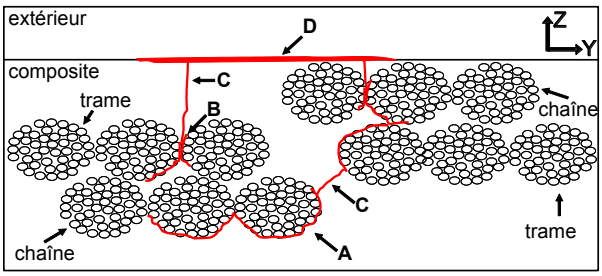


Figure 4.40 - Schéma des mécanismes d'endommagement identifiés sur les éprouvettes chanvre/époxy $[\pm 45°]_7$ testées en fatigue.

L'analyse de l'évolution de l'endommagement de ce composite chanvre/époxy en fatigue (section III.1) a révélé une évolution en trois phases (Figure 4.16, Figure 4.21 et Figure 4.27). En s'appuyant sur les mécanismes proposés par Reifsnider et Schulte [Reifsnider et al., 1983 ; Schulte et al., 1985] pour ces trois phases et sur les observations des endommagements de ce composite chanvre/époxy, on peut proposer les mécanismes suivants pour le comportement en fatigue :

Phase I

Phase avec une pente initiale importante de l'évolution des paramètres mécaniques indicatifs d'endommagement, qui diminue rapidement. Cette phase est caractérisée par l'endommagement initial de l'interface fil/résine (type A et B) et par la création de micro-fissures transverses dans la matrice. Des ruptures initiales des fibres les plus faibles se produisent aussi (type E), principalement pour les éprouvettes $[0°/90°]_7$ avec $\sigma_{max}/\sigma_{0,\theta}$ élevé.

Phase II

Phase où la pente de l'évolution des paramètres mécaniques indicatifs d'endommagement est pratiquement constante et moins importante. Elle correspond à la coalescence et la croissance des fissures matricielles (type C) et des fissures interfaciales (types A et B).

Phase III

Phase où la pente de l'évolution des paramètres mécaniques indicatifs d'endommagement augmente rapidement, jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Cette phase est caractérisée par le développement final des endommagements d'interface, des fissures matricielles de type D et des ruptures des fibres les plus résistantes, conduisant à la rupture de fils et à la rupture finale de l'éprouvette.

III.3 Répartition spatiale et quantification de l'endommagement

III.3.1 A l'échelle macroscopique

La répartition temporelle des endommagements (détectés par émission acoustique) et leur localisation sur la longueur des éprouvettes sont représentées sur la figure 4.42, pour les essais de fatigue, et sur la figure 4.41, pour les essais de traction quasi-statique. Dans ces graphes, l'axe vertical représente la longueur de la zone utile entre les capteurs d'émission acoustique placés sur les éprouvettes. L'axe horizontal représente la durée de l'essai en nombre normé de cycles, pour les essais de fatigue (Figure 4.42), et en déformation, pour les essais de traction (Figure 4.41). Chaque point sur ces graphes représente la position temporelle et la localisation sur la longueur des éprouvettes des événements acoustiques.

La figure 4.42 montre que l'endommagement, pour les trois niveaux de charge et pour les deux types d'orientation du renfort, est réparti sur toute la longueur des éprouvettes et sur toute la durée de l'essai de fatigue. De plus, ces graphes montrent une quantité plus importante d'endommagement pour les éprouvettes du type $[\pm 45°]_7$, ce qui a déjà été présenté dans la figure 4.20. Pour les essais de traction (Figure 4.41), on retrouve également une distribution des évènements acoustiques sur toute la longueur de l'éprouvette.

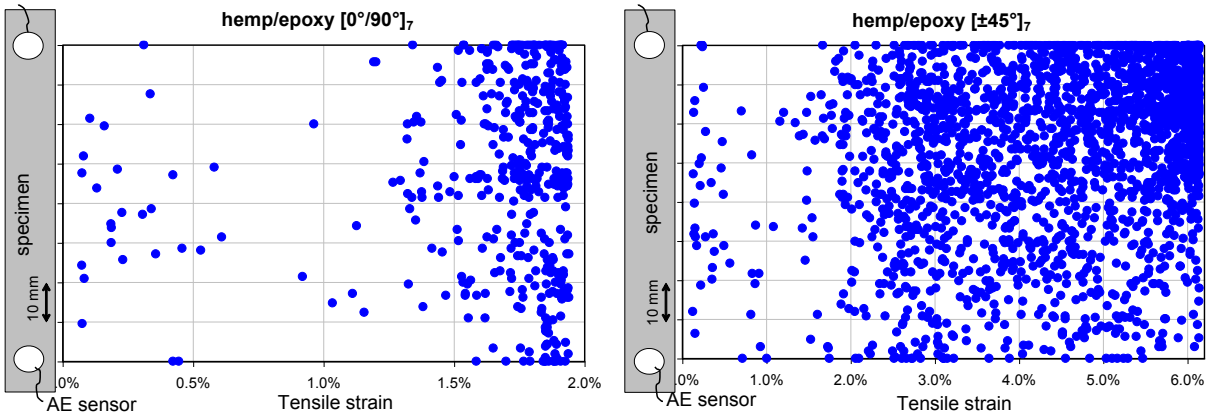


Figure 4.41 - Répartition des événements acoustiques pendant les essais de traction quasi-statique sur composites chanvre/époxy $[0°/90°]_7$ et $[\pm 45°]_7$.

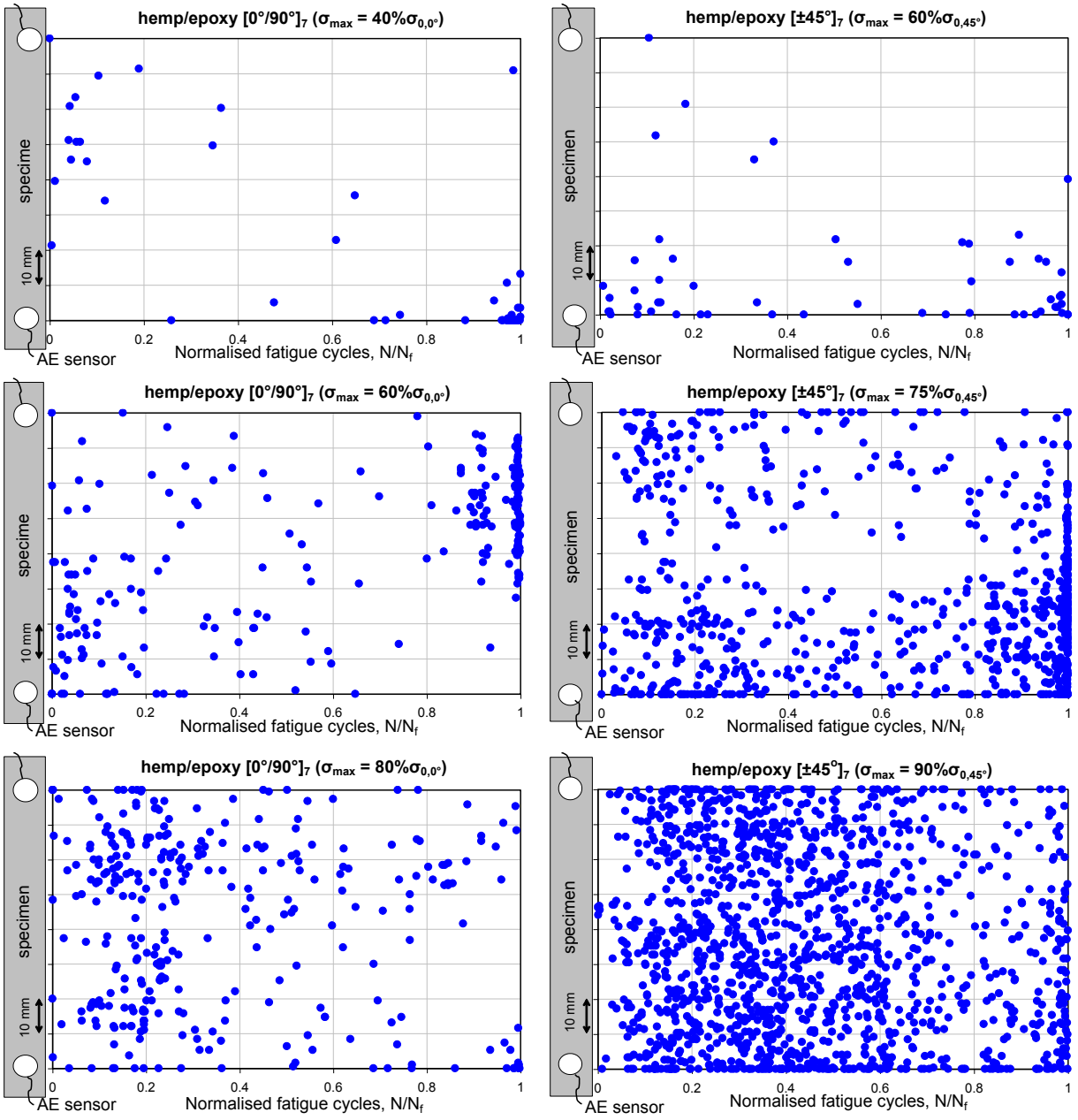


Figure 4.42 - Répartition des événements acoustiques pendant les essais de fatigue à différents niveaux de charge sur composites chanvre/époxy $[0°/90°]_7$ et $[\pm45°]_7$.

III.3.2 A l'échelle microscopique

Dans les images de microtomographie X réalisées sur des échantillons d'éprouvettes rompues en fatigue (Figure 4.34 à Figure 4.36) et d'éprouvettes vierges, les zones de voxels noirs représentent des volumes vides dans le matériau, dénommés « défauts » par la suite, qui peuvent être des endommagements issus des essais de fatigue ou des porosités issues du procédé de fabrication. Avec l'aide du logiciel de traitement d'images 3D, chaque zone fermée de voxels noirs peut être quantifiée et caractérisée géométriquement. Pour s'affranchir des petites zones de voxels noirs qui peuvent être

dues à des artefacts d'image, on ne considère que les zones d'un volume supérieur à $10^{-3}mm^3$, comme expliqué dans la section II.3.2 de la PARTIE 2.

Les défauts ont été identifiés et quantifiés pour des échantillons de 20 mm x 20 mm x 3 mm d'une éprouvette $[0°/90°]_7$ testée en fatigue à 80%$\sigma_{0,0°}$, d'une éprouvette $[\pm45°]_7$ testée à 75%$\sigma_{0,45°}$ et d'une éprouvette vierge. Pour chacun de ces défauts, nous avons déterminé son volume et la localisation de son centre dans l'échantillon. Dans la figure 4.43 est présenté le nombre total de défauts trouvés pour chaque échantillon. L'échantillon vierge possède une quantité faible, mais non négligeable, de défauts (~20), qui sont probablement des porosités créées pendant le procédé de fabrication. Les échantillons des éprouvettes testées en fatigue ont un nombre de défauts assez important : ~90 pour le $[0°/90°]_7$ et ~280 pour le $[\pm45°]_7$. Ce nombre important de défauts inclut les quelques porosités initiales et les fissures créées lors des essais de fatigue.

Ces résultats concordent avec ceux d'émission acoustique car on retrouve également plus d'endommagement pour les éprouvettes $[\pm45°]_7$. Pour les éprouvettes analysées ($[\pm45°]_7$ à 75%$\sigma_{0,45°}$ et $[0°/90°]_7$ à 80%$\sigma_{0,0°}$), le rapport du nombre de défauts entre les deux échantillons déterminé par microtomographie X (~3 fois plus pour le $[\pm45°]_7$ à 75%$\sigma_{0,45°}$) est proche du rapport du nombre d'échos acoustiques entre les deux éprouvettes (~2,4 fois plus pour le $[\pm45°]_7$ à 75%$\sigma_{0,45°}$) (Figure 4.20). De plus, le rapport entre le nombre d'échos acoustiques et le nombre de défauts observés par microtomographie pour chaque éprouvette (de ~5 pour le $[\pm45°]_7$ et de ~7 pour le $[0°/90°]_7$) est de l'ordre de grandeur du rapport entre le volume de la zone suivie par EA et le volume des échantillons de microtomographie (d'environ 4 pour les deux éprouvettes). Cela est une comparaison approximative, car les deux techniques présentent des incertitudes importantes. Cependant, ces résultats montrent que la microtomographie X peut permettre une validation quantitative des résultats d'émission acoustique.

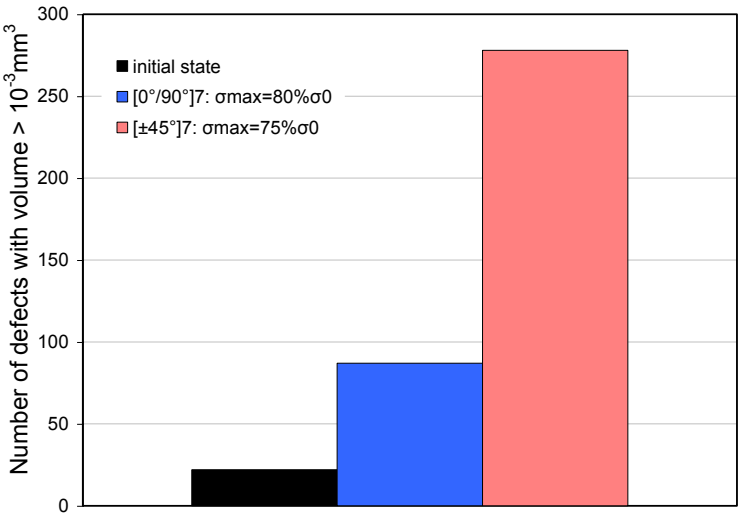


Figure 4.43 - Nombre de défauts identifiés sur les images de microtomographie.

Les schémas de la figure 4.44 représentent une vue de l'intérieur des échantillons avec tous les défauts observés par microtomographie X projetés dans le plan YZ et représentés par des cercles ; les axes Y et Z correspondent respectivement à la largeur et à l'épaisseur de l'échantillon. La surface du cercle est proportionnelle au volume du défaut correspondant et le coefficient de proportionnalité n'est pas le même entre les schémas de droite et de gauche dans la figure 4.44. Les schémas (a) et (b) sont relatifs à l'échantillon vierge, (c) et (d) à l'échantillon de l'éprouvette $[0°/90°]_7$ testée à $80\%\sigma_{0,0°}$, et (e) et (f) à l'échantillon de l'éprouvette $[\pm45°]_7$ testée à $75\%\sigma_{0,45°}$. Pour chaque échantillon, la figure de gauche représente les défauts dont le volume est compris entre $10^{-3}mm^3$ et $10^{-2}mm^3$ et la figure de droite représente les défauts de volume supérieur à $10^{-2}mm^3$. Cette séparation a été réalisée pour avoir une meilleure visualisation.

Pour l'échantillon vierge, il y a quelques défauts de faible volume (porosité) mais il n'y a pas de défauts d'un volume supérieur à 10^{-2} mm^3. Dans l'échantillon de l'éprouvette $[0°/90°]_7$ testée à $80\%\sigma_{0,0°}$, il y a une quantité plus importante de défauts de volume de 10^{-3} mm^3 à 10^{-2} mm^3 et ces défauts sont localisés près des surfaces extérieures de l'échantillon. On voit également l'apparition de quelques défauts de plus grand volume, concentrés près des surfaces libres. Pour l'échantillon de l'éprouvette $[\pm45°]_7$ testée à $75\%\sigma_{0,45°}$, les défauts de volume de 10^{-3} mm^3 à 10^{-2} mm^3 sont distribués dans tout le volume de l'échantillon, de même que pour les défauts de plus grand volume. Le fait que les défauts restent localisés en surface pour les échantillons $[0°/90°]_7$ explique, en partie, le nombre plus faible d'endommagements dans ces échantillons par rapport aux éprouvettes $[\pm45°]_7$, comme il a été montré par le suivi d'émission acoustique (Figure 4.20) et par microtomographie (Figure 4.43).

D'après ces résultats et en considérant que les surfaces extérieures sont concentratrices de contrainte, on peut faire l'hypothèse que l'endommagement en fatigue commence près des surfaces libres de l'éprouvette et avance vers l'intérieur. Pour les éprouvettes du type $[0°/90°]_7$, l'endommagement n'a pas le temps de se propager à l'intérieur car ce type d'éprouvette a une rupture précoce par rapport aux éprouvettes du type $[\pm45°]_7$; en effet, il a été montré que, pour ces niveaux de charge, les éprouvettes $[0°/90°]_7$ ont une durée de vie en fatigue plus courte (Figure 4.7).

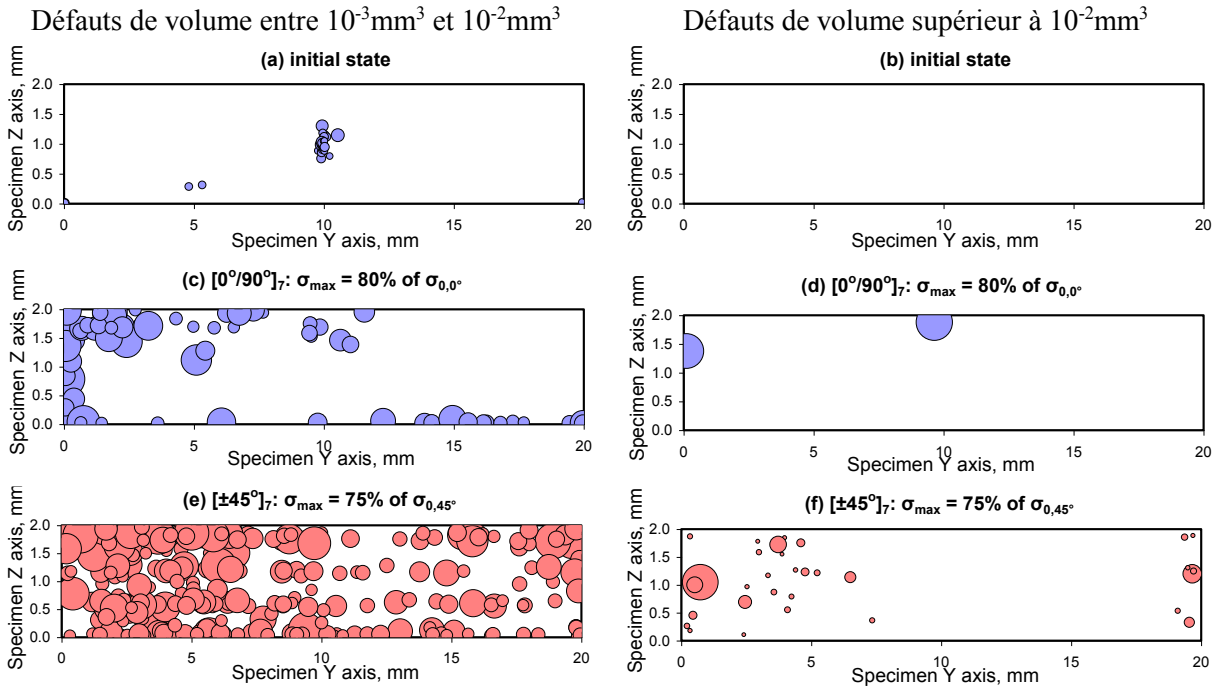


Figure 4.44 - Répartition spatiale des défauts identifiés par observations microtomographiques selon leur volume, dans des échantillons de composites chanvre/époxy [0°/90°]$_7$ et [±45°]$_7$.

Conclusions de la partie 4

Cette partie a porté sur le comportement en fatigue cyclique d'un composite de tissu de chanvre et matrice époxy. Tout d'abord, des essais préliminaires de fatigue sur les constituants ont été réalisés. Les résultats ont montré une rupture précoce des échantillons monofilamentaires comparée à celle des éprouvettes de résine pure. De plus, les éprouvettes monofilamentaires présentent une augmentation du module sécant avant la fragmentation du fil, tandis que la rigidité de la résine époxy seule diminue au cours de la fatigue. Cette augmentation de la rigidité de l'éprouvette est donc directement liée à l'augmentation de la rigidité du fil de chanvre sous l'effet d'un effort de traction.

La fatigue cyclique du composite de tissu de chanvre et matrice époxy a ensuite été étudiée pour deux séquences d'empilement différentes : $[0°/90°]_7$ et $[\pm45°]_7$. Un modèle de courbe S-N de fatigue, basé sur une loi puissance et initialement développé pour des composites à fibres de verre, a été utilisé. La séquence d'empilement $[\pm45°]_7$ a montré une meilleure résistance relative à la fatigue que la séquence $[0°/90°]_7$. De plus le comportement de ce composite chanvre/époxy en fatigue s'est révélé meilleur, en termes relatifs, que celui de composites à fibres de verre et matrice époxy testés dans la littérature.

Une analyse approfondie des mécanismes d'endommagement a été réalisée grâce à l'association de différentes techniques. Les mesures par caméra infrarouge au cours des essais de fatigue ont montré l'apparition progressive de zones de concentration de chaleur, directement liée au développement d'endommagements à l'intérieur des éprouvettes. Le suivi par émission acoustique a permis d'observer l'apparition des endommagements tout au long des essais. Ces signaux acoustiques ont été classés en trois catégories d'amplitude, qui ont été corrélés à trois principaux mécanismes d'endommagement : fissures matricielles, décohésion de l'interface et rupture de fibres. Des observations post-mortem, par microscopie et par microtomographie X, ont permis d'analyser les différents types d'endommagements qui se produisent dans ces matériaux, leur distribution spatiale et leur nombre. Une comparaison quantitative originale entre les résultats de microtomographie et l'analyse d'émission acoustique a permis de montrer la similarité entre les nombres d'endommagements détectés par ces deux méthodes. En outre, il a été possible, en utilisant une microtomographie à grande résolution, de visualiser clairement l'endommagement de l'interface fil/matrice dans ces matériaux.

Tous ces résultats ont permis une description complète des mécanismes d'endommagement qui se développent dans ces composites chanvre/époxy au cours des essais de fatigue. Il a également été démontré que le scénario d'endommagement en fatigue en trois étapes, qui est caractéristique des composites carbone/époxy et verre/époxy, décrit également l'évolution des mécanismes des endommagements pour le composite chanvre tissé/époxy.

PARTIE 5 Résistance à l'impact et comportement post-impact

Le but de cette partie est d'étudier la résistance au choc mécanique à faible vitesse d'un composite de chanvre tissé et matrice époxy ainsi que l'influence des endommagements dus à l'impact sur sa résistance résiduelle en traction quasi-statique et en fatigue cyclique.

Cette étude est le résultat d'une collaboration avec le Department of Chemical Engineering Materials and Environment de l'Université La Sapienza, à Rome, Italie.

CHAPITRE I DEMARCHE EXPERIMENTALE ..... - 181 -
I.1 Matériaux et éprouvettes utilisés ..... *- 181 -*
I.2 Essais d'impact ..... *- 182 -*
I.3 Essais mécaniques post-impact ..... *- 182 -*
I.3.1 Traction quasi-statique ..... - 182 -
I.3.2 Fatigue cyclique ..... - 182 -
CHAPITRE II TENUE A L'IMPACT A BASSE VITESSE ..... - 183 -
II.1 Résultats des paramètres indicatifs de la tenue à l'impact ..... *- 183 -*
II.2 Analyse des endommagements créés par l'impact ..... *- 189 -*
II.2.1 Etude de la zone endommagée ..... - 189 -
II.2.2 Types d'endommagement ..... - 196 -
CHAPITRE III COMPORTEMENT POST-IMPACT ..... - 199 -
III.1 Traction quasi-statique ..... *- 199 -*
III.1.1 Rupture en traction des éprouvettes impactées ..... - 199 -
III.1.2 Résistance mécanique résiduelle ..... - 200 -
III.2 Fatigue cyclique ..... *- 201 -*
III.2.1 Influence sur la durée de vie en fatigue ..... - 202 -
III.2.2 Influence sur l'évolution de l'endommagement ..... - 206 -
CONCLUSIONS DE LA PARTIE 5 ..... - 211 -

Chapitre I Démarche expérimentale

I.1 Matériaux et éprouvettes utilisés

Le matériau étudié dans cette partie est un composite chanvre/époxy ; les éprouvettes sont issues des plaques fabriquées par infusion, qui sont constituées par sept plis de tissu de chanvre orientés à 0°/90°.

Les essais d'impact mécanique ont été réalisés sur deux types d'éprouvettes :

→ « ImpA[0°/90°]$_7$ » : éprouvettes de dimensions 50 mm x 50 mm x 4,5 mm (Figure 5.1a), qui ont été utilisées pour analyser la tenue à l'impact et pour observer les endommagements internes ;

→ « ImpB[0°/90°]$_7$ » : éprouvettes de dimensions 150 mm x 50 mm x 4,5 mm (Figure 5.1b), qui ont été ensuite utilisées pour réaliser les essais mécaniques post-impact de traction monotone et de fatigue cyclique.

La largeur minimale de 50 mm a été nécessaire pour pouvoir placer et fixer les éprouvettes dans les mors de la machine d'impact et aussi pour être sûr que l'endommagement de l'impact n'arrive pas aux bords de l'éprouvette.

Suite aux essais d'impact, les bords non endommagés des éprouvettes impB[0°/90°]$_7$ ont été découpés (selon l'axe X de traction), afin d'obtenir des éprouvettes pour les essais mécaniques en gardant la zone impactée au centre de la zone utile (Figure 5.1b). Ces éprouvettes impactées destinées aux essais mécaniques sont nommées « post-impB[0°/90°]$_7$ » ;elles ont les dimensions de 150 mm x 30 mm x 4,5 mm et la zone utile représente 90 mm de la longueur.

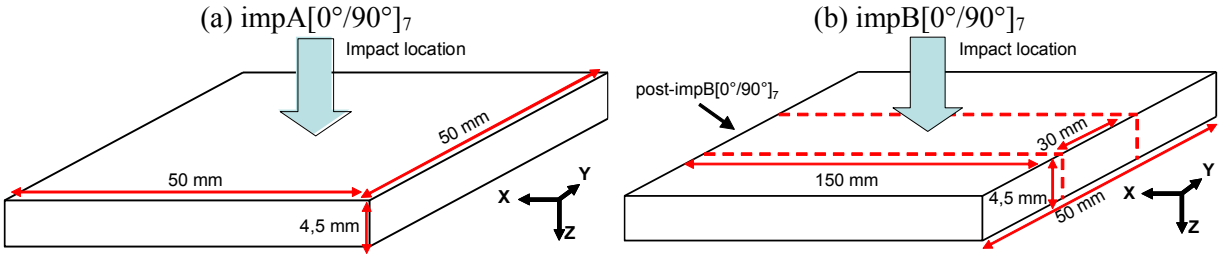


Figure 5.1 - Géométrie des éprouvettes impactées de composite chanvre/époxy.

I.2 Essais d'impact

Les essais d'impact mécanique ont été réalisés en utilisant la tour de chute de l'Université La Sapienza, avec un impacteur à tête hémisphérique de 12,7 mm de diamètre. Ces essais ont été réalisés pour trois niveaux d'énergie d'impact (2,5J, 5J et 10J), en maintenant constante la masse de l'impacteur (6,929 kg). Les tests d'impact ont été réalisés sur six échantillons du type impA$[0°/90°]_7$, deux échantillons pour chaque niveau d'énergie, pour la caractérisation de la tenue à l'impact et l'étude des endommagements internes. Six éprouvettes du type impB$[0°/90°]_7$ ont été aussi impactées avec les trois niveaux d'énergie (deux éprouvettes pour chaque niveau), qui ensuite ont été découpées en éprouvettes du type post-impB$[0°/90°]_7$ pour la réalisation des essais de traction quasi-statique après impact. Enfin, neuf autres éprouvettes du type impB$[0°/90°]_7$ ont été impactées avec une énergie de 5 J, à partir desquelles ont ensuite été effectués les tests de fatigue post-impact. Les endommagements internes des éprouvettes impactées ont été observés par microscopie optique après découpe de l'échantillon et polissage au micron.

I.3 Essais mécaniques post-impact

I.3.1 Traction quasi-statique

Les essais de traction quasi-statique sur les éprouvettes impactées ont été réalisés avec la machine eletro-mecanique Zwick/Roell Z010. Ces essais ont été réalisés avec une vitesse de déplacement de la traverse constante de 0,5 mm/min.

I.3.2 Fatigue cyclique

Les essais de fatigue cyclique post-impact ont été réalisés avec la machine servo-hydraulique MTS 858 Mini Bionix. Ces essais de fatigue ont été réalisés avec les mêmes paramètres que les essais de fatigue sur les éprouvettes non impactées, étudiées dans la PARTIE 4, c'est-à-dire une fréquence (f) de 1 Hz et un rapport de charge ($R = \sigma_{min}/\sigma_{max}$) de 1%.

Comme pour les essais de la PARTIE 4, les essais de fatigue post-impact ont été réalisés à trois niveaux de charge maximale : 40%, 60% et 80% de la contrainte maximale en traction quasi-statique après impact (σ_{5J}). Trois éprouvettes ont été testées pour chaque niveau de charge.

L'évolution des endommagements lors des essais de fatigue a été suivie par la technique d'émission acoustique (EA), en utilisant le système AMSY-5 de chez Vallen Systeme. Pour permettre la localisation des signaux suivant la longueur de l'éprouvette, deux capteurs ont été placés aux deux extrémités de la zone utile des éprouvettes à une distance de 50 mm l'un de l'autre, et du gel de silicone a été utilisé pour le couplage.

Chapitre II Tenue à l'impact à basse vitesse

L'analyse détaillée de la tenue à l'impact à basse vitesse du composite chanvre/époxy étudié est présentée dans ce chapitre. Cette étude a été réalisée dans le cadre du stage de Master de Monica Pucci.

II.1 Résultats des paramètres indicatifs de la tenue à l'impact

Durant les essais d'impact par tour de chute, le déplacement de l'impacteur est suivi en continu et une cellule de charge mesure la variation de la charge sur l'échantillon, qui est due à la force de contact entre l'impacteur et l'éprouvette.

Pour une éprouvette de chaque niveau d'énergie d'impact (2,5J, 5J et 10J), la figure 5.2a présente le déplacement de l'impacteur, en millimètres, en fonction du temps en millisecondes, à partir du moment où il entre en contact avec la surface de l'échantillon. Les valeurs de déplacement de l'impacteur sont définies par rapport à la surface initiale de l'échantillon (prise comme origine), suivant l'axe Z du repère représenté dans la figure 5.1, orienté dans le sens de pénétration de l'impacteur.

Les courbes de la figure 5.2a montrent le caractère élastique de l'impact mécanique à ces niveaux d'énergie : l'impacteur pénètre dans l'échantillon jusqu'à une profondeur maximale, rebondit et ressort de la surface de l'éprouvette (zone négative des courbes). Cela montre aussi qu'il n'y a pas de perforation des échantillons à ces niveaux d'énergie d'impact. A partir de ce type de courbe, on mesure deux paramètres indicatifs de la tenue à l'impact : la valeur du déplacement (ou pénétration) maximal et la valeur du temps nécessaire pour atteindre la pénétration maximale.

La figure 5.2b représente la force de contact sur les échantillons lors de l'impact, en fonction du temps, pour les trois niveaux d'énergie. Ces courbes sont caractérisées par une augmentation de la force de contact jusqu'à une valeur maximale (*peak load*), puis une diminution jusqu'à zéro, qui indique que l'impacteur a perdu le contact avec l'échantillon. Le moment où la force revient à zéro indique la fin de la durée de contact.

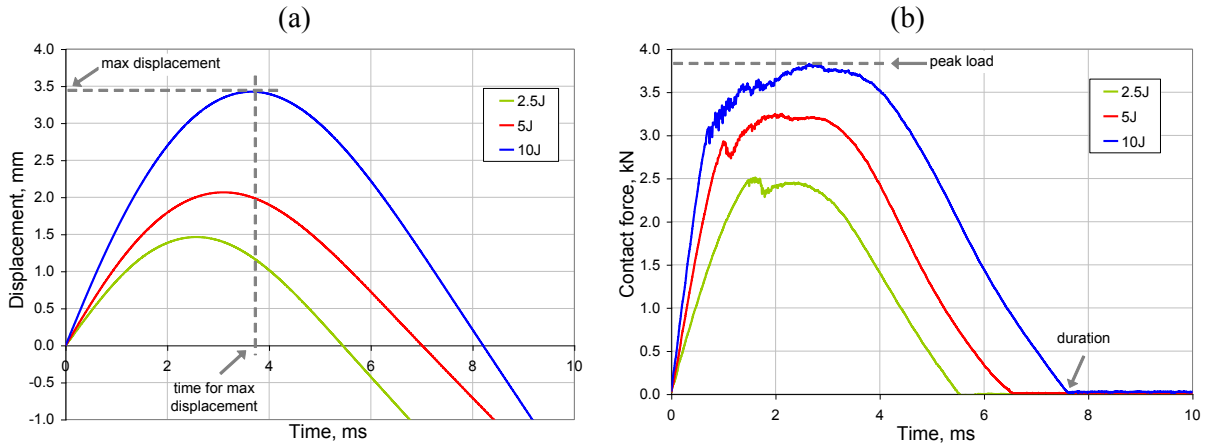


Figure 5.2 - Courbes expérimentales des impacts à différents niveaux d'énergie sur composite chanvre/époxy. (a) Déplacement de l'impacteur en fonction du temps, par rapport à la surface de l'échantillon. (b) Force de contact entre l'impacteur et l'échantillon en fonction du temps.

Les courbes caractéristiques de l'impact, où la force de contact est tracée en fonction du déplacement (ou pénétration) de l'impacteur, sont représentées dans la figure 5.3a. Ces courbes montrent des boucles fermées, ce qui est propre aux essais subissant un rebond de l'impacteur. Comme la pénétration de l'impacteur représente la compression de l'échantillon, ces courbes représentent le comportement mécanique de l'échantillon lors de l'impact et permettent de déterminer quelques paramètres spécifiques (Figure 5.3b), qui sont détaillés dans le Chapitre II de la PARTIE 1.

L'aire totale sous la courbe représente l'énergie de l'impact qui a été transférée de l'impacteur à l'éprouvette. Une partie de cette énergie est absorbée par l'éprouvette (l'aire de la boucle), sous forme d'endommagement et de déformation plastique. La partie restante est restituée à l'impacteur (énergie récupérée ou élastique), qui rebondit.

Ces paramètres indicatifs de la tenue à l'impact sont présentés, pour les échantillons impactés à chaque niveau d'énergie, dans les graphes de la figure 5.4 à la figure 5.9.

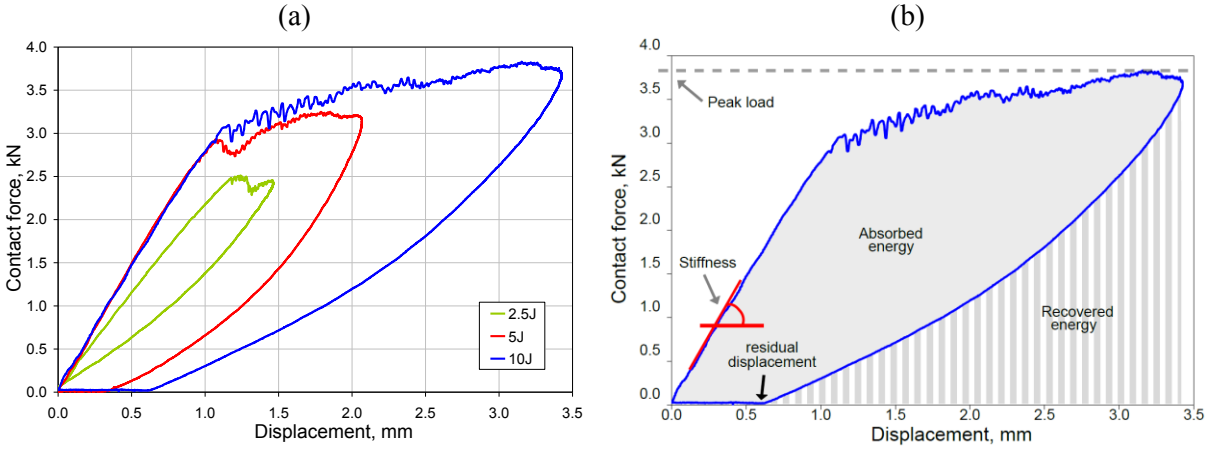


Figure 5.3 - Tests d'impact sur composite chanvre/époxy. (a) Force de contact en fonction du déplacement (ou pénétration) de l'impacteur dans l'échantillon. (b) Schéma représentatif des paramètres indicatifs de la tenue à l'impact mesurés sur ces courbes.

Déplacements maximal et résiduel, et temps de contact

La figure 5.4 présente les résultats du déplacement maximal (a) et du déplacement résiduel (b) en fonction de l'énergie d'impact. Les résultats provenant des éprouvettes du type ImpA[0°/90°]$_7$ sont présentés en rouge, et ceux issus des éprouvettes de type ImpB[0°/90°]$_7$ sont en bleu. La seule différence entre ces deux types d'éprouvettes est la taille des échantillons. On voit sur la figure 5.4a qu'il n'y a pas d'effet de taille visible sur les valeurs mesurées de déplacement maximal. Ces deux paramètres augmentent de façon globalement linéaire avec l'énergie d'impact. Dans la figure 5.4b on observe que l'impact de 2,5 J ne crée pas de déplacement résiduel dans le composite chanvre/époxy étudié. Une même tendance d'augmentation avec l'énergie d'impact est retrouvée pour les valeurs du temps de contact (Figure 5.5a) et du temps nécessaire pour atteindre la pénétration maximale (Figure 5.5b). Là encore, aucun effet de taille n'est visible.

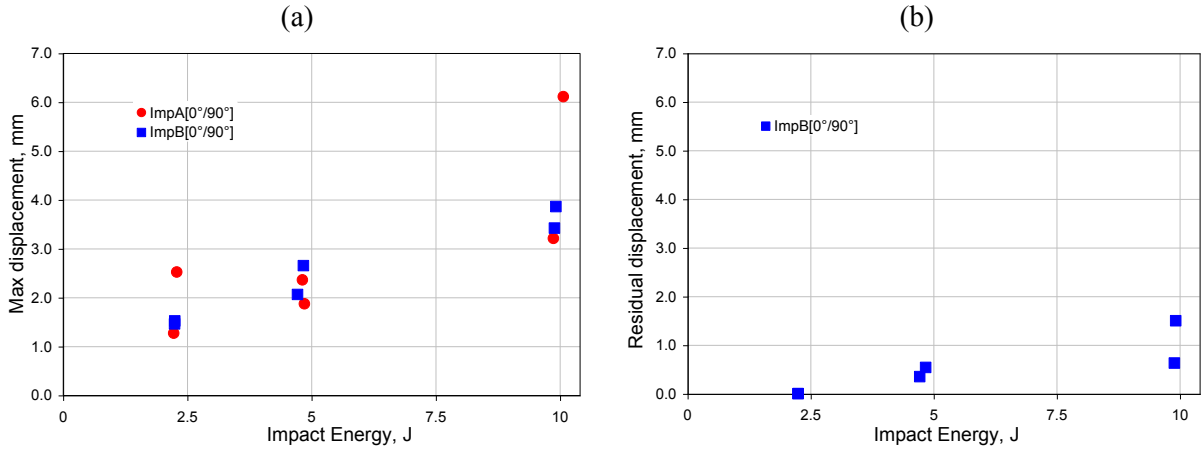


Figure 5.4 - Déplacement (ou pénétration) maximal (a) et résiduel (b) de l'impacteur sur la surface des échantillons de composite chanvre/époxy pour chaque niveau d'énergie d'impact.

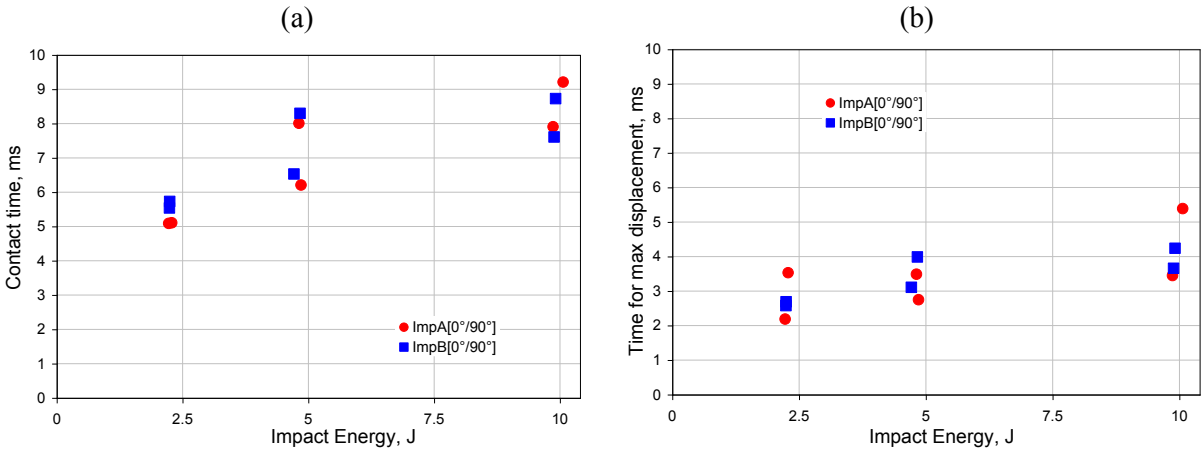


Figure 5.5 - Temps de contact (a) et temps nécessaire pour atteindre la pénétration maximale (b) pour chaque niveau d'énergie des essais d'impact sur des échantillons de composite chanvre/époxy.

Rigidité et force maximale de contact

Dans la figure 5.6a, la rigidité (*stiffness*) des échantillons chanvre/époxy impactés est représentée pour chaque niveau d'énergie d'impact. Ce résultat montre que cette rigidité ne varie pas substantiellement avec l'énergie d'impact (dans l'intervalle d'énergie considéré), ce qui est une caractéristique des essais d'impact mécanique (Chapitre III de la PARTIE 1).

D'un autre côté, la force de contact maximale atteinte (*peak load*) augmente avec l'énergie d'impact appliquée, comme il est montré dans la figure 5.6b, et cela peut suggérer que l'énergie élastiquement absorbée par le composite augmente avec l'énergie d'impact [De Rosa et al., 2012].

Pour ces deux paramètres, il semblerait qu'un effet de taille des échantillons soit présent. En effet, les éprouvettes plus longues, de type ImpB[0°/90°]$_7$, ont des valeurs de rigidité à l'impact et de charge maximale un peu plus faibles que celles obtenues avec les éprouvettes de type ImpA[0°/90°]$_7$.

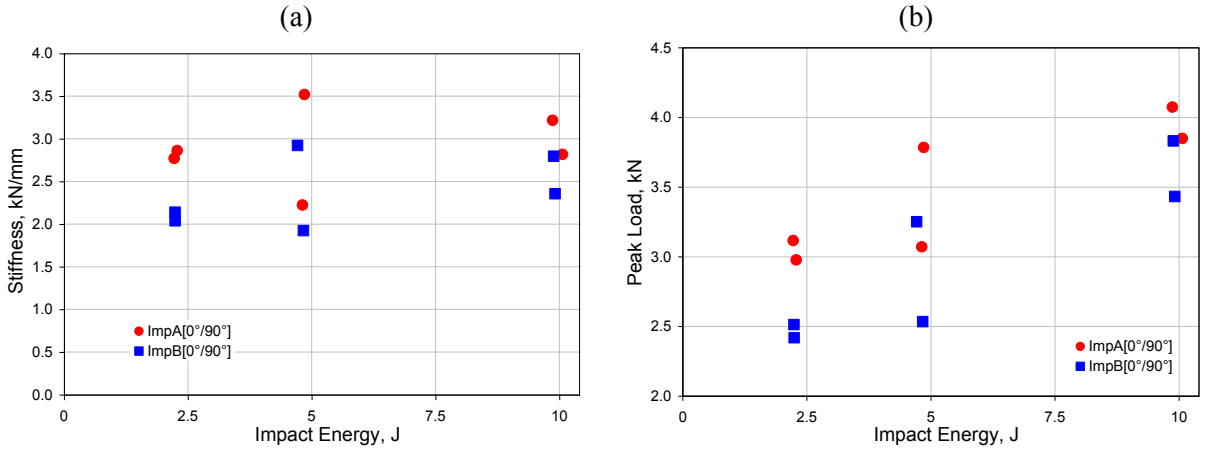


Figure 5.6 - Rigidité (a) et force de contact maximale (b) pour chaque niveau d'énergie des essais d'impact sur des échantillons de composite chanvre/époxy.

La force de contact maximale est un paramètre important sur la tenue à l'impact. Ce paramètre indique la charge maximale que le matériau peut tolérer pour un certain niveau d'énergie d'impact, avant de subir des endommagements importants [Padaki et al., 2008], et cela permet une comparaison de la tenue à l'impact entre différents matériaux car les valeurs de ce paramètre sont souvent disponibles dans la littérature. Cependant, tel que discuté dans le Chapitre III de la PARTIE 1, la force de contact maximale est influencée aussi par des paramètres d'essai, comme principalement l'épaisseur de l'éprouvette, la géométrie et la masse de l'impacteur. Par conséquent, il est préférable d'utiliser des résultats d'essais où ces paramètres sont comparables.

Deux publications récentes présentent les résultats de la charge maximale de contact pour des essais d'impact qui sont comparables aux essais de ce travail de thèse (Tableau 5.1) :

→ [Kang et Kim, 2009] : présente des résultats pour un stratifié verre/époxy [$0_6/90_{12}/0_6$], ayant une épaisseur de 4,8 mm et un taux volumique de renfort de 50%. Les essais d'impact ont été réalisés avec un impacteur hémisphérique de 12,7 mm de diamètre et de 6,45 kg.

→ [Reis et al., 2012] : présente des résultats pour un composite de 12 plis de tissu de fibres de Kevlar et matrice époxy, de 3 mm d'épaisseur. Les essais d'impact ont été réalisés avec un impacteur hémisphérique de 20 mm de diamètre et de 3 kg.

Composite	Structure du renfort	Epaisseur de l'échantillon	Nombre de plis	Taux volumique de renfort	Diamètre de l'impacteur	Masse de l'impacteur
Chanvre/époxy	Tissé	4,8 mm	7	35 %	12,7 mm	6,6 kg
Verre/époxy [Kang et Kim, 2009]	Stratifié $[0_6/90_{12}/0_6]$	4,8 mm	24	50 %	12,7 mm	6,45 kg
Kevlar/époxy [Reis et al., 2012]	Tissé	3 mm	12	-	20 mm	3 kg

Tableau 5.1 - Caractéristiques des échantillons et des essais d'impact de la présente étude (sur chanvre/époxy) et des travaux de la littérature utilisés pour comparaison.

La figure 5.7 présente les résultats de la force de contact maximale en fonction de l'énergie d'impact pour le composite chanvre/époxy étudié et pour ces deux composites à fibres synthétiques. On voit que les résultats pour le composite verre/époxy sont dans la dispersion des résultats du composite chanvre/époxy, et que les résultats du composite Kevlar/époxy sont aussi comparables, car la valeur plus basse de la force de contact maximale à chaque énergie d'impact est probablement due à l'épaisseur plus faible de ces échantillons et à la masse moins élevée de l'impacteur. Globalement, cela montre que le composite chanvre/époxy étudié a une tenue à l'impact comparable à celle de composites à matrice époxy et fibres synthétiques.

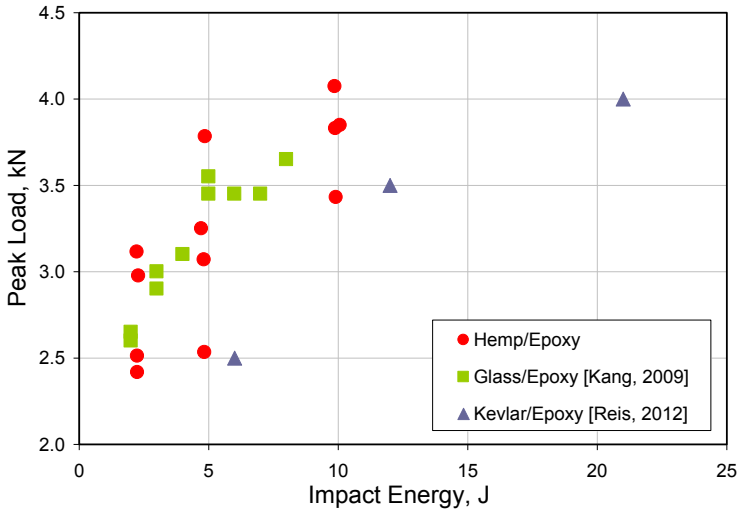


Figure 5.7 - Comparaison de la charge maximale atteinte pour le composite chanvre/époxy étudié et pour deux composites de la littérature, un verre/époxy et un Kevlar/époxy.

Energies absorbées et restituées

Les énergies absorbées et restituées sont présentées, en fonction de l'énergie d'impact, dans la figure 5.8 pour le composite chanvre/époxy étudié. Ces graphes montrent que ces deux énergies, en moyenne, augmentent avec l'énergie d'impact utilisée. De plus, on retrouve un léger effet de taille entre les échantillons ImpA[0°/90°]$_7$ et ImpB[0°/90°]$_7$, comme pour la rigidité et la charge maximale.

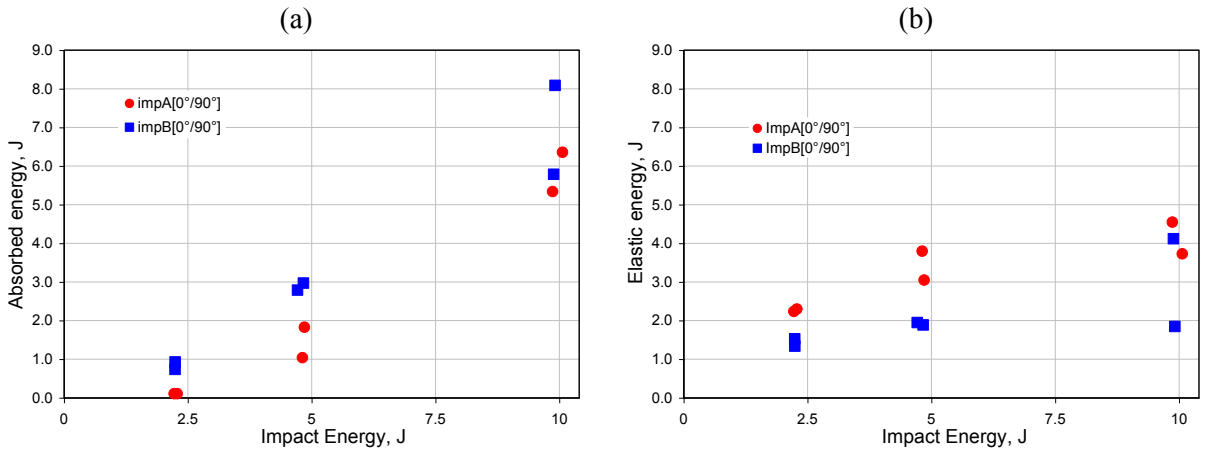


Figure 5.8 - Energies absorbée (a) et restituée (b) pour chaque niveau d'énergie des essais d'impact sur des échantillons de composite chanvre/époxy.

Le rapport entre l'énergie absorbée et l'énergie d'impact est un paramètre indicatif de l'endommagement. Dans le cas limite de l'énergie d'impact, lorsque l'impacteur perfore complètement l'échantillon, ce rapport se rapproche de la valeur 1 car l'énergie restituée est nulle et donc la totalité de l'énergie de l'impacteur est absorbée par l'échantillon, en partie sous forme d'endommagement.

Ce rapport est tracé dans la figure 5.9 pour les différents niveaux d'énergie d'impact appliqués. On observe une nette augmentation de ce rapport avec le niveau d'énergie d'impact. Dans ce graphe sont ajoutées des données de la littérature relatives à un composite chanvre/époxy constitué de 14 plis de tissu de chanvre, d'épaisseur 5,1 mm, de taux volumique de renfort de 37,5%, testé avec un impacteur de 12,7 mm de diamètre et de 3,96 kg [Scarponi et al., 2009]. Ces données sont en accord avec nos résultats et nous permettent de connaître l'évolution de ce rapport pour des niveaux d'énergie d'impact jusqu'à 15J.

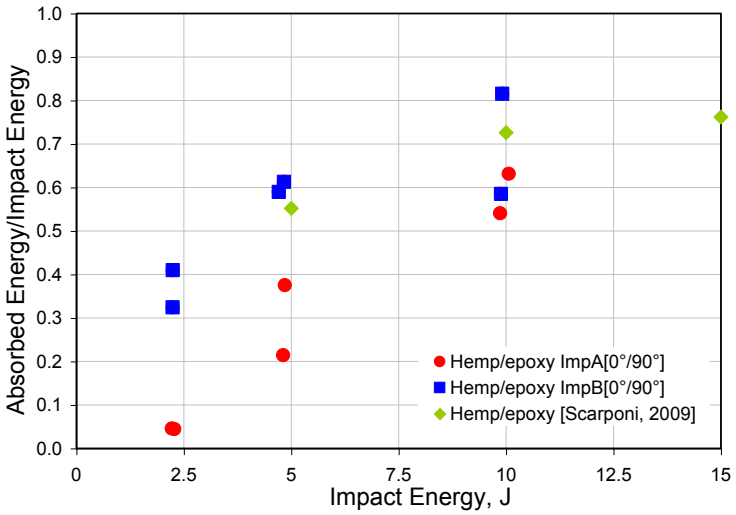


Figure 5.9 - Rapport entre l'énergie absorbée et l'énergie d'impact pour le composite chanvre/époxy, et comparaison avec des résultats de la littérature.

II.2 Analyse des endommagements créés par l'impact

L'analyse des endommagements créés par l'impact est réalisée d'abord par observation sur les surfaces externes des échantillons, puis sur des sections transverses.

II.2.1 Etude de la zone endommagée

Surfaces externes

Les photos de la figure 5.10 à la figure 5.12 montrent les faces frontales (impactées) et arrières des échantillons impactés à 2,5 J (Figure 5.10), 5 J (Figure 5.11) et 10 J (Figure 5.12). Comme attendu, on observe sur ces photos à la même échelle que les endommagements des deux faces augmentent avec l'augmentation de l'énergie d'impact.

L'endommagement de la face frontale est caractérisé par une indentation circulaire, causée par la tête hémisphérique de l'impacteur, qui parfois n'est presque pas visible pour l'impact à 2,5 J. La profondeur de cette indentation augmente avec l'augmentation de l'énergie d'impact et il n'y a pas de fissure visible sur la face avant pour les niveaux d'énergie d'impact appliqués. Il n'y a pas eu de perforation de l'éprouvette pour les énergies d'impact appliquées.

L'endommagement de la face arrière est caractérisé par une fissure matricielle qui s'initie avec une orientation à ±45° par rapport aux fils de chaîne du tissu, comme retrouvé sur l'échantillon impacté à 2,5 J et dans le centre des échantillons impactés à 5 J et 10 J. Pour ces niveaux d'énergie plus importants, cette fissure a tendance à se propager en suivant l'orientation des fils du tissu, comme on peut le voir sur la figure 5.11b et la figure 5.12b. Ce type de fissure est caractéristique des composites à renfort tissé [Dhakal et al., 2007].

Face avant Face arrière

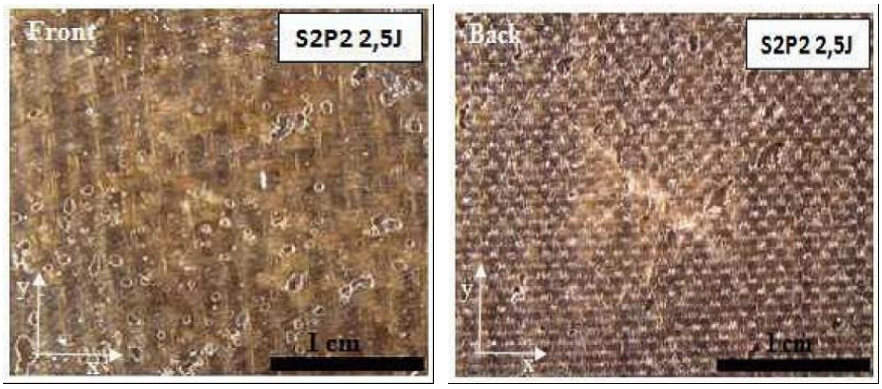


Figure 5.10 - Faces impactée (avant) et arrière d'une éprouvette de composite chanvre/époxy impactée à 2,5J

Face avant Face arrière

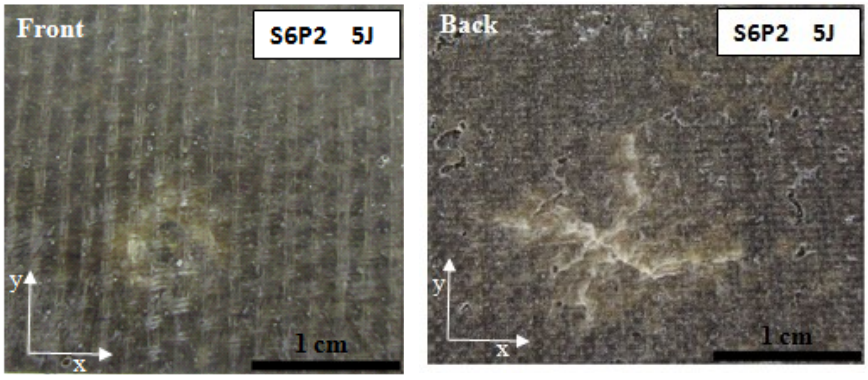


Figure 5.11 - Faces impactée (avant) et arrière d'une éprouvette de composite chanvre/époxy impactée à 5J.

Face avant Face arrière

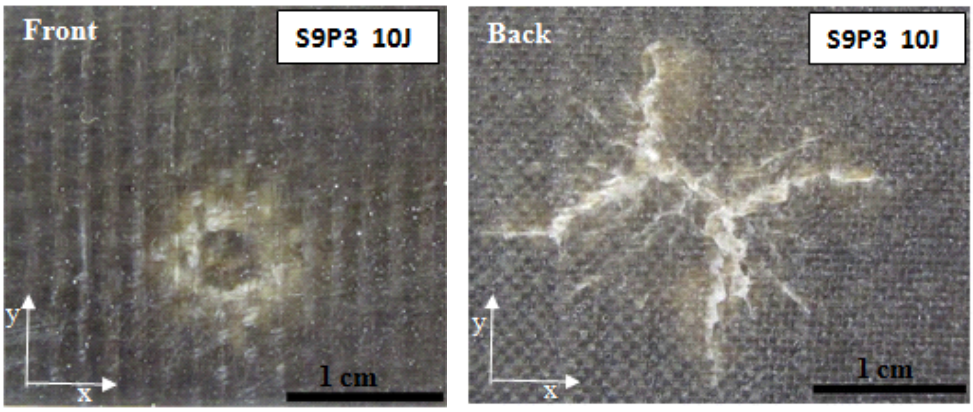


Figure 5.12 - Faces impactée (avant) et arrière d'une éprouvette de composite chanvre/époxy impactée à 10J

La surface endommagée de la face arrière est un paramètre indicateur de la tenue à l'impact des composites. Cependant, comme on l'a vu, il n'existe pas de norme qui uniformise sa mesure. Dans le cas de cette étude, nous avons choisi de mesurer la surface de l'ellipse englobant l'endommagement (Figure 5.13).

Dans la figure 5.14, on trace les valeurs de la surface de l'ellipse qui englobe l'endommagement sur la face arrière des échantillons chanvre/époxy impactés en fonction de l'énergie d'impact. Cela montre que l'endommagement de la face arrière augmente significativement avec l'énergie d'impact.

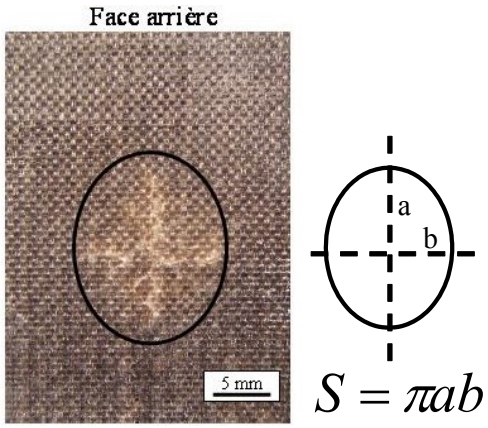


Figure 5.13 - Méthode appliquée de mesure de la surface endommagée en face arrière par une ellipse.

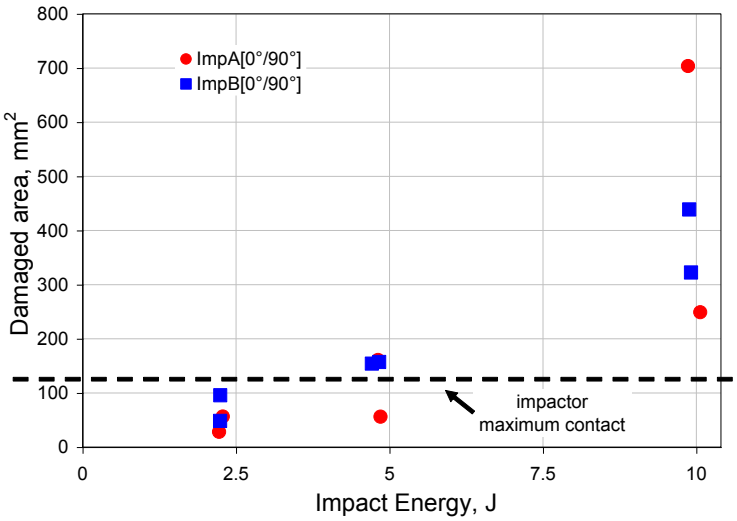


Figure 5.14 - Surface endommagée sur la face arrière en fonction de l'énergie d'impact pour le composite chanvre/époxy.

Il est intéressant de comparer ces valeurs de surface endommagée en face arrière pour divers types de matériau. Cependant, comme pour la force maximale de contact, ce paramètre est dépendant des conditions d'essais.

Dans la figure 5.15, on présente une comparaison des valeurs de la surface endommagée entre le composite chanvre/époxy étudié et les composites des deux publications présentées dans le tableau 5.1, dans lesquelles les essais d'impact sont comparables aux essais de ce travail de thèse. A cette comparaison, il est ajouté le travail de Karakuzu et al. [Karakuzu et al., 2010], qui présente des résultats pour un stratifié verre/époxy [0/30/60/90]s avec 8 plis de renfort et une épaisseur de 2,9 mm, pour lequel les essais d'impact ont été réalisés avec un impacteur hémisphérique de 12,7 mm de

diamètre et de 5 kg. Le tableau 5.2 présente une synthèse des caractéristiques des matériaux et des essais qui sont utilisés pour cette comparaison. De plus, on indique dans ce tableau la méthode de mesure de la surface endommagée. Les résultats issus de la littérature ont été obtenus par la méthode du nombre de pixels sur la zone endommagée pour calculer la surface de l'endommagement, tandis que nous avons considéré la surface d'une ellipse, ce qui est un calcul surdimensionné par rapport à la surface réelle de l'endommagement. Pourtant, le résultat de la figure 5.15 montre que la surface endommagée du composite chanvre/époxy étudié reste comparable à celle obtenue pour des composites à fibres synthétiques (verre et Kevlar).

Composite	Structure du renfort	Epaisseur de l'échantillon	Nombre de plis	v_f	Diamètre de l'impacteur	Masse de l'impacteur	Méthode de mesure de la surface endommagée
Chanvre/époxy	Tissé	4,8 mm	7	35 %	12,7 mm	6,6 kg	Ellipse
Verre/époxy [Kang et Kim, 2009]	Stratifié $[0_6/90_{12}/0_6]$	4,8 mm	24	50 %	12,7 mm	6,45 kg	Nombre de pixels
Kevlar/époxy [Reis et al., 2012]	Tissé	3 mm	12	-	20 mm	3 kg	Nombre de pixels
Verre/époxy [Karakuzu et al., 2010]	Stratifié [0/30/60/90]s	2,9 mm	8	-	12,7 mm	5 kg	Nombre de pixels

Tableau 5.2 - Caractéristiques des échantillons et des essais d'impact de la présente étude (sur chanvre/époxy) et des travaux de la littérature utilisés pour comparaison.

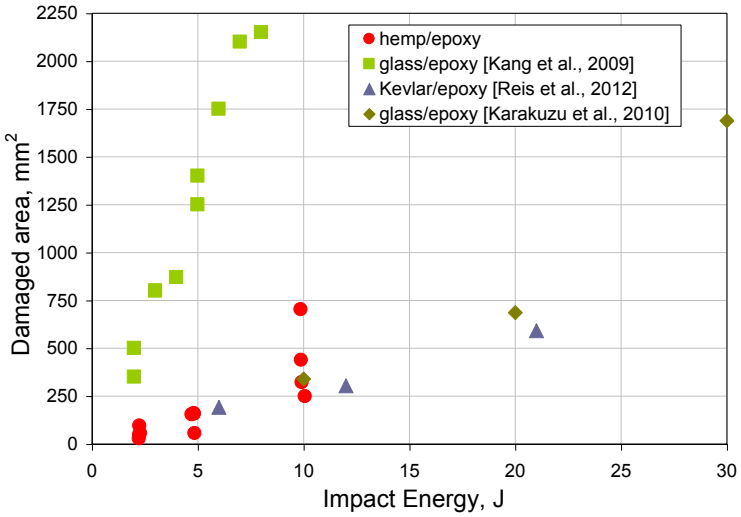


Figure 5.15 - Comparaison de la surface endommagée en face arrière en fonction du niveau d'énergie d'impact pour le composite chanvre/époxy étudié et pour des composites de la littérature.

Endommagement interne

Pour réaliser l'observation de l'endommagement interne, les éprouvettes impactées ont été découpées selon l'épaisseur dans la zone endommagée (Figure 5.16a), avec une scie à fil diamanté, et ensuite polies au micron. La figure 5.16b représente un schéma de la section transversale de l'échantillon impacté, comme on le visualisera dans les photos réalisées au microscope optique, où la face supérieure est la face impactée et les plis seront numérotés de 1 à 7 à partir de la face impactée.

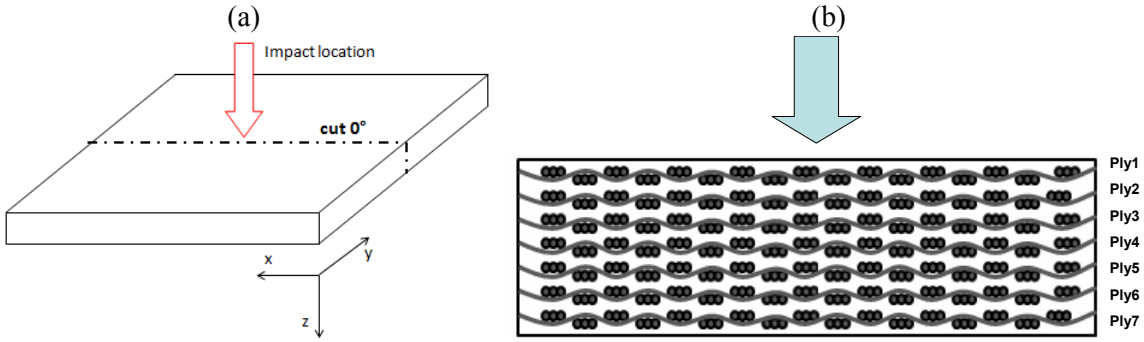


Figure 5.16 - Représentation de la découpe (a) et de la section transversale (b) de l'échantillon impacté pour observation au microscope optique.

La figure 5.17 montre les photos microscopiques des sections transversales, découpées selon la direction des fils de chaîne, d'éprouvettes impactées à 2,5J, 5J et 10J. Deux éprouvettes sont présentées pour chaque niveau d'énergie d'impact. Ces observations ont révélé une zone plus claire dans la matrice, de forme conique. Cette zone plus claire correspond aux endommagements internes qui se développent vers la face arrière, caractéristiques de l'impact sur les composites. Pour chaque niveau d'énergie d'impact, on constate une bonne reproductibilité de cette zone endommagée.

On observe également que la zone endommagée augmente avec l'énergie d'impact. Pour l'impact à 2,5 J, la zone conique atteint les plis 4 et 5 (Figure 5.17a et b). Pour le niveau d'énergie de 5J, la zone conique arrive jusqu'aux plis 1 et 2 (Figure 5.17c et d). Finalement pour l'impact avec l'énergie de 10J, il n'y a pas de sommet de la zone conique (Figure 5.17e et f), l'endommagement occupe une zone plus grande dans l'épaisseur et la déflexion résiduelle de l'échantillon est bien marquée.

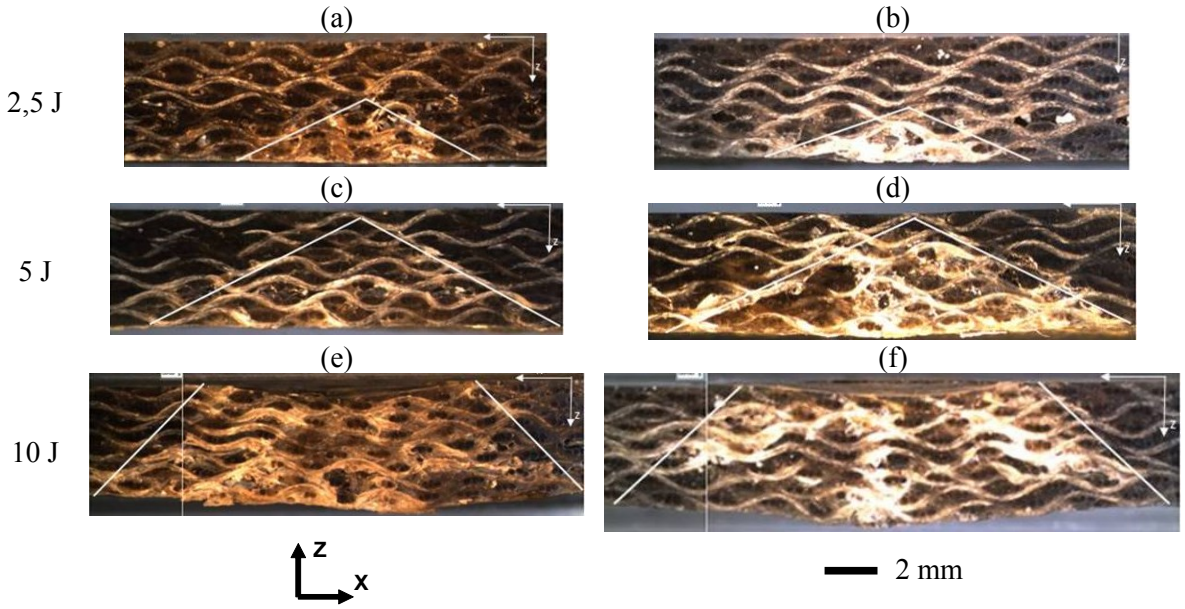


Figure 5.17 - Endommagement observé sur la section interne des échantillons de composite chanvre/époxy impactés à 2,5J (a,b), 5J (c,d) et 10J (e,f).

Les échantillons impactés à 5J ont été ensuite découpés à 90° et à 45° par rapport à la direction des fils de chaîne (Figure 5.18), pour effectuer des observations de l'endommagement dans les sections transversales suivant ces directions. Pour cela, une moitié d'un échantillon découpé à 0° a été découpée à 90° (Figure 5.18a) et une moitié d'un autre échantillon découpé à 0° a été découpée à 45° (Figure 5.18b). Par conséquent, dans les photos des sections transversales découpées à 90° et à 45°, on n'observe qu'une moitié de la zone endommagée.

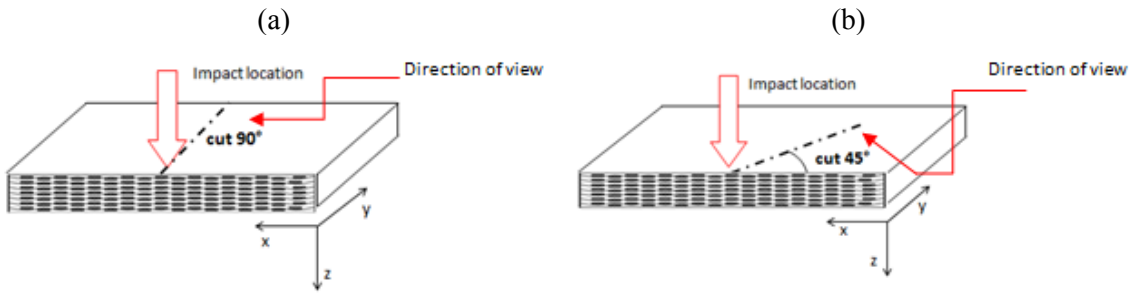


Figure 5.18 - Schémas représentatifs des découpes à 90° (a) et à 45° (b) des échantillons impactés.

La figure 5.19 présente les trois orientations de découpe de la section transversale (0°, 90° et 45° par rapport à l'orientation des fils de chaîne) et les observations microscopiques correspondantes. Dans les photos, on retrouve les zones plus claires de forme conique qui représentent l'endommagement, dans les trois directions de découpe, et ces zones arrivent toujours jusqu'aux plis 1 et 2. Les observations faites sur la figure 5.19 permettent de représenter la forme de la zone endommagée en face arrière, dans le plan XY, pour une éprouvette impactée à 5J (Figure 5.20). Une différence marquée est observée pour la taille de la base du cône sur la section à 45°, qui est nettement

inférieure à celles des sections à 0° et 90°. Cela indique que l'endommagement a plus de facilité à se propager selon les directions des fils du renfort, même s'il est initialement orienté à 45° (Figure 5.10, Figure 5.11 et Figure 5.12).

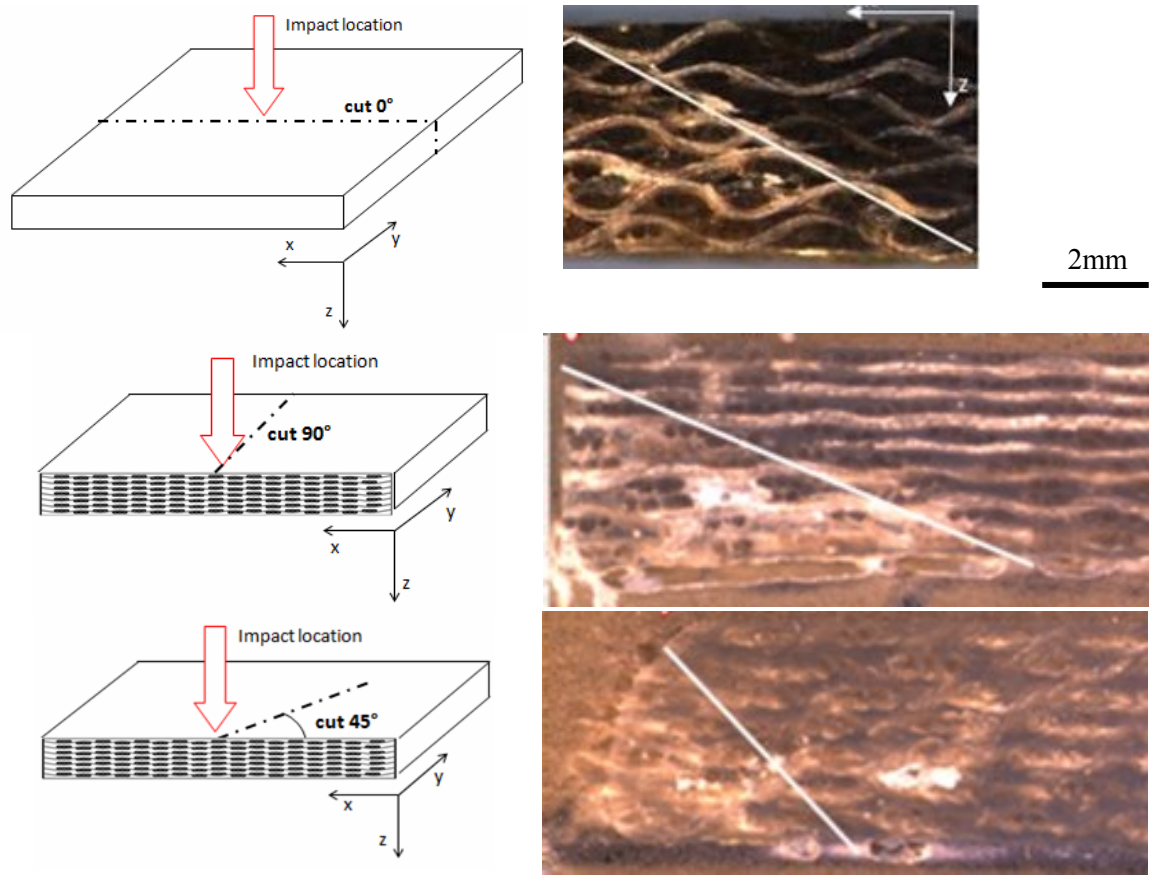


Figure 5.19 - Comparaison des endommagements internes selon l'orientation de découpe (0°, 90° et 45°) pour le composite chanvre/époxy impacté à 5J.

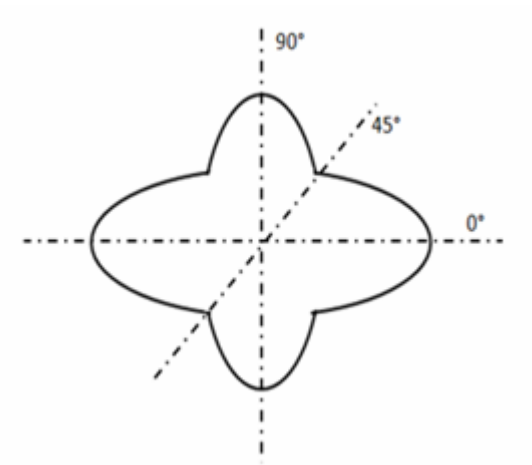


Figure 5.20 - Schéma représentatif de la forme de la zone endommagée en face arrière, dans le plan XY, pour le composite chanvre/époxy impacté à 5J.

II.2.2 Types d'endommagement

Des observations par microscope optique à plus fort grossissement ont été réalisées sur les sections transversales à 0° (figure 5.21a) des échantillons impactés à chaque niveau d'énergie. De façon générale, ces observations ont révélé des macro-fissures dans le matériau (figure 5.21b), localisées dans la zone conique observée précédemment.

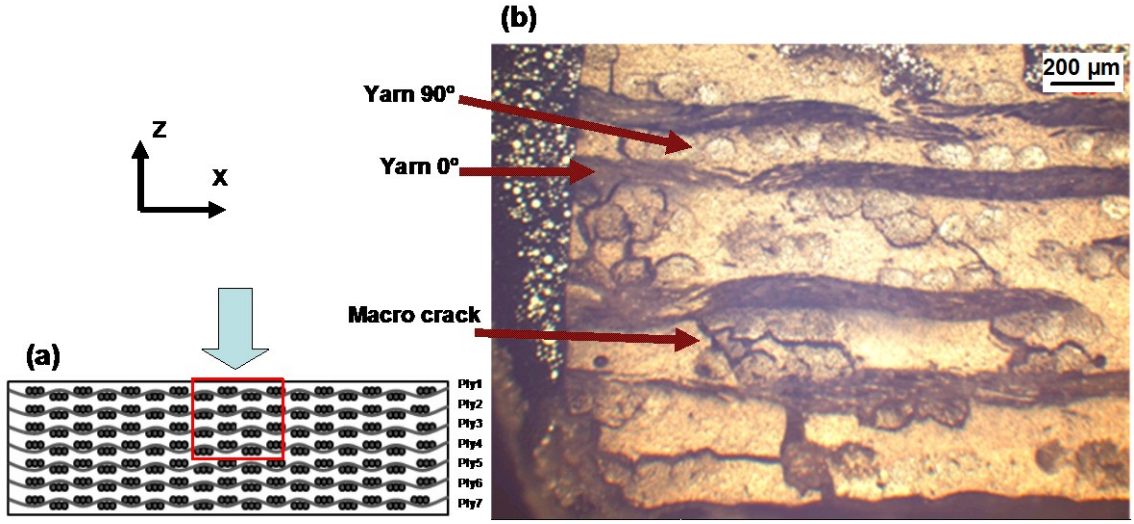


Figure 5.21 - Observation microscopique de l'endommagement interne sur la section transversale à 0° d'un échantillon de composite chanvre/époxy impacté à 5J.

Une analyse plus détaillée a révélé deux types de mécanismes dans les zones endommagées :

Type 1 : Endommagement de l'interface fil/matrice

La figure 5.22 présente des endommagements de l'interface fil/matrice. Ces fissures ont tendance à contourner les fils de chaque toron et ont été retrouvées autour des fils de trame (figure 5.22a) et de chaîne (figure 5.22b). Pour les trois niveaux d'énergie d'impact utilisés, ce type de fissure a été retrouvé sur toute l'épaisseur de l'éprouvette juste au-dessous de la zone impactée.

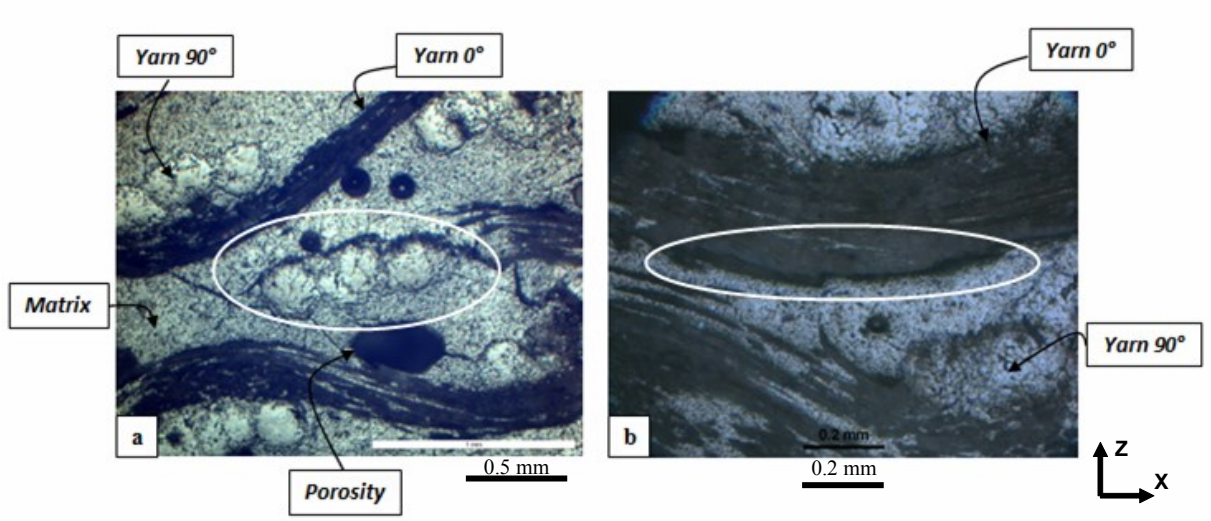


Figure 5.22 - Endommagement de l'interface autour des fils à 0° et 90° observé sur une section transversale à 0° d'une éprouvette de composite chanvre/époxy impactée à 5J.

Type 2 : Fissure matricielle

Le deuxième type de mécanisme observé sont des fissures matricielles, comme indiqué dans la figure 5.23. Ce type de fissure se présente systématiquement relié à des fissures d'interface ou à des défauts initiaux de fabrication (porosités). Pour les échantillons impactés à 2,5 J, les fissures matricielles sont présentes du pli 4 au pli 7. Pour les échantillons impactés à 5 J, ces fissures sont présentes des plis 2/3 au pli 7. Finalement, pour les échantillons impactés à 10 J, ces fissures ont été retrouvées dans toute l'épaisseur du composite.

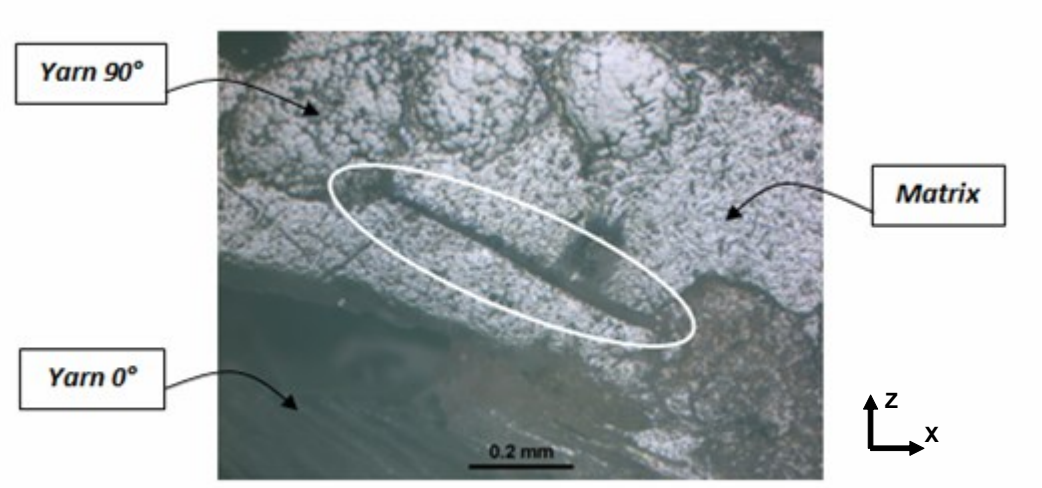


Figure 5.23 - Observation d'une fissure matricielle sur une section transversale à 0° d'une éprouvette de composite chanvre/époxy impactée à 5J.

L'évolution qualitative de la répartition des deux types d'endommagement pour les trois niveaux d'énergie d'impact est représentée dans les schémas de la figure 5.24. De plus, ont été ajoutées les photos des zones coniques d'endommagement (zones claires) dans les sections transversales pour

chaque niveau d'énergie. Cela montre une similarité de l'évolution qualitative des fissures matricielles (Type 2) et des zones claires dans les photos. Il est important de noter qu'aucune rupture de fils ou de fibres n'a été observée dans les échantillons pour les trois niveaux d'énergie d'impact, ce qui tend à montrer que les interfaces fil/matrice ont une résistance plutôt faible.

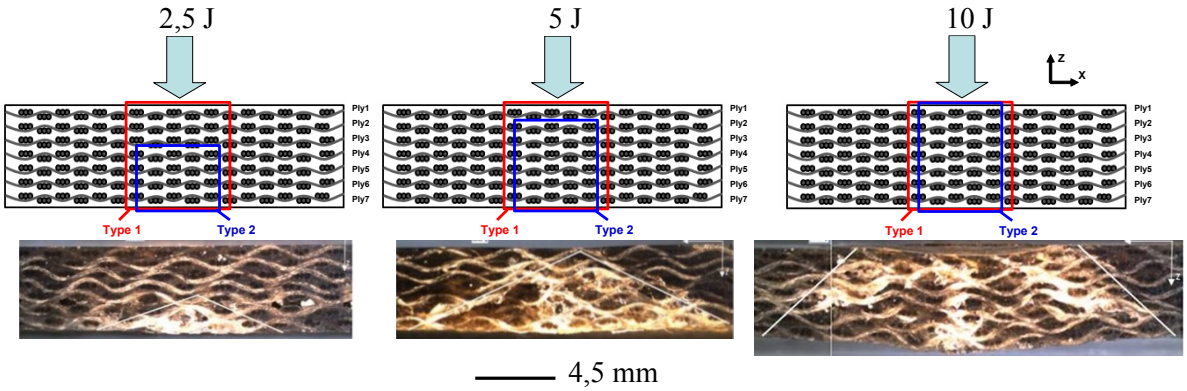


Figure 5.24 - Répartition qualitative des deux types d'endommagement sur une section transverse à 0° d'une éprouvette de composite chanvre/époxy pour chaque niveau d'énergie d'impact.

Il est à noter qu'aucun délaminage n'a été observé, quelque soit le niveau d'énergie étudié. Cela est caractéristique des composites à renfort tissé, qui sont connus pour être très résistants au délaminage. Pour mieux comprendre cette particularité des composites tissés, une analyse avec le microtomographe à rayons X récemment acquis au laboratoire a été réalisée sur un échantillon de composite tissé chanvre/époxy impacté à 5J (cliché effectué par D. Mellier). La figure 5.25 présente une image de microtomographie prise sous la zone impactée (seule une moitié de l'échantillon a été utilisée) dans le plan (X, Y). On voit bien sur cette image que les endommagements matriciels dans le plan (X, Y) sont limités dans leur développement par la présence des oscillations du tissu. Cette observation explique la résistance du composite tissé au délaminage.

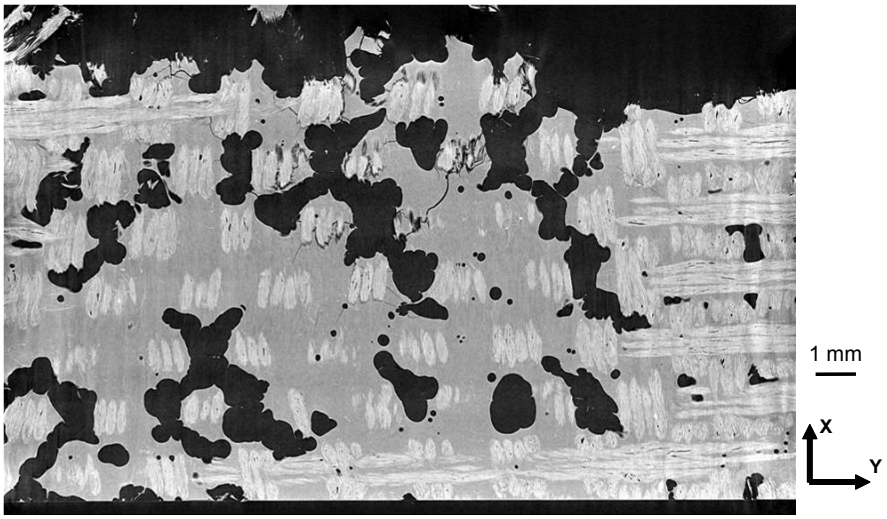


Figure 5.25 - Image de microtomographie X prise sous la zone impactée à 5J d'une moitié d'un échantillon de composite chanvre/époxy.

Chapitre III Comportement post-impact

Dans ce chapitre on présente et analyse les résultats des essais de traction quasi-statique et de fatigue cyclique réalisés sur des éprouvettes de composite chanvre/époxy du type « post-impB$[0°/90°]_7$ », découpées dans les éprouvettes précédemment impactées (voir Figure 5.1). Les photos de la figure 5.26 sont un exemple d'une éprouvette post-impB$[0°/90°]_7$ impactée à 5 J et on voit la zone impactée au centre de la zone utile de l'éprouvette.

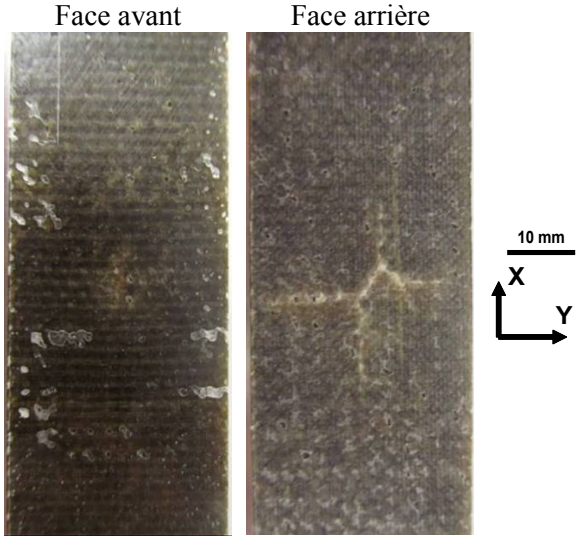


Figure 5.26 - Exemple d'éprouvette impactée à 5J de composite chanvre/époxy découpée pour les essais mécaniques post-impact.

III.1 Traction quasi-statique

Six éprouvettes impactées, deux pour chaque niveau d'énergie (2,5 J, 5 J et 10 J), ont été testées en traction quasi-statique pour analyser l'influence des endommagements d'impact sur la résistance à la traction et la rigidité.

III.1.1 Rupture en traction des éprouvettes impactées

Systématiquement pour chaque niveau d'énergie d'impact, la rupture finale des éprouvettes testées en traction a eu lieu dans la zone antérieurement endommagée par les essais d'impact, comme montré dans la figure 5.27.

On observe que la rupture des éprouvettes impactées est dissymétrique, entre la face avant et la face arrière. Sur la face arrière, la rupture en traction a tendance à suivre le défaut à 45º au centre de l'endommagement créé par l'impact sur cette face, alors que sur la face avant, la rupture reste toujours orientée perpendiculairement à l'axe de traction. Cette dissymétrie de la rupture en traction des éprouvettes impactées est due à la dissymétrie de l'endommagement par impact, discutée dans la section II.2 (Figure 5.17).

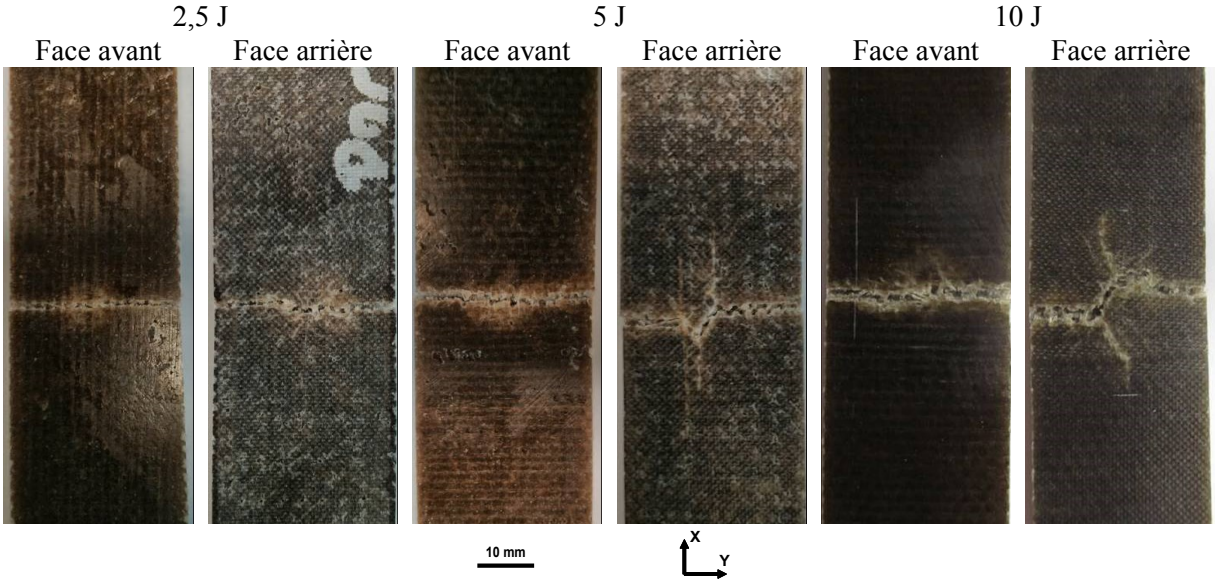


Figure 5.27 - Observations des faces avant et arrière des éprouvettes de composite chanvre/époxy rompues en traction après impact à différents niveaux d'énergie.

III.1.2 Résistance mécanique résiduelle

Dans la figure 5.28a, on compare la contrainte à rupture en traction des éprouvettes non impactées ($\sigma_{0,0°}$), en bleu, à celle des éprouvettes impactées (σ_{Eimp}) à différents niveaux d'énergie (E_{imp} = 2,5J, 5J ou 10J), en rouge. La contrainte à rupture en traction des éprouvettes impactées peut être aussi appelée contrainte résiduelle de rupture en traction. Ces résultats montrent que la résistance à la traction du composite étudié est réduite d'environ 15% après un impact de 2,5J, de 30% après un impact de 5J et d'environ 40% après un impact de 10J.

On peut également observer l'augmentation de l'écart type des contraintes maximales (barres verticales) des éprouvettes impactées par rapport à celles des éprouvettes non impactées. Cet écart-type supérieur est probablement dû à une combinaison de la dispersion de la résistance à la traction et de la résistance à l'impact, qui sont principalement liées à la dispersion naturelle des propriétés mécaniques des fibres végétales.

D'autre part, la rigidité des échantillons impactés ne présente pas de changement significatif, car elle reste dans la dispersion de ceux non impactés, qui est représentée par les lignes en pointillés sur la figure 5.28b. Ceci peut être justifié par l'absence d'endommagement du renfort lors des tests d'impact

à ces niveaux d'énergie et par la concentration des endommagements dans une zone restreinte, comme montré par les observations microscopiques (section II.2.2).

En comparant les évolutions de la contrainte à rupture résiduelle et du module d'Young résiduel du composite chanvre/époxy étudié, impacté jusqu'à 10J, avec celles d'un composite verre(0/90)/polyester impacté, représentés dans la figure 1.34a et dans la figure 1.36a, [Yuanjian et Ysaac, 2008], on constate une même tendance de comportement.

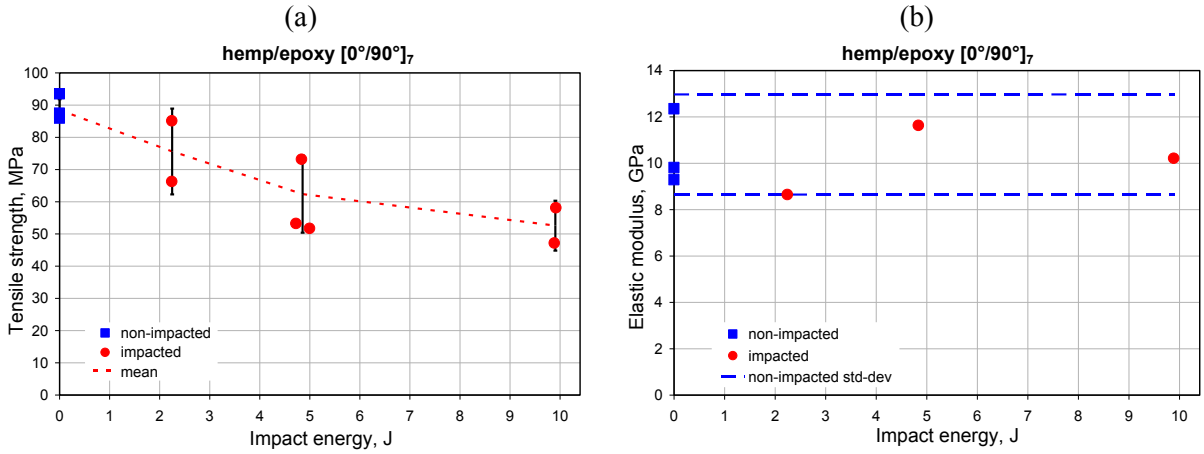


Figure 5.28 - Contrainte maximale en traction (a) et module d'Young (b) des éprouvettes de composite chanvre/époxy non impactées et impactées à chaque niveau d'énergie.

III.2 Fatigue cyclique

Sur la base des résultats des tests d'impact et des essais de traction post-impact, il a été choisi de réaliser les essais de fatigue sur des éprouvettes impactées à 5 J. En effet, ce niveau d'énergie d'impact produit un endommagement important, mais éloigné de la perforation, ce qui permet encore l'utilisation du composite après l'impact à 5 J.

Les essais de fatigue ont été réalisés sur 9 éprouvettes impactées, à trois niveaux de charge de fatigue (trois éprouvettes pour chaque niveau), pour lesquels la contrainte maximale de fatigue (σ_{max}) appliquée représente environ 40%, 60% et 80% de la contrainte à rupture résiduelle moyenne en traction des éprouvettes impactées à 5 J (σ_{5J}), ce qui correspond à 25%, 40% et 55% de la contrainte de rupture moyenne en traction des éprouvettes non-impactées ($\sigma_{0,0°}$).

La figure 5.29 montre un exemple de la rupture finale en fatigue des éprouvettes impactées, qui est similaire à celle en traction quasi-statique (Figure 5.27) : la rupture se produit dans la zone impactée, avec une dissymétrie entre la face avant et la face arrière.

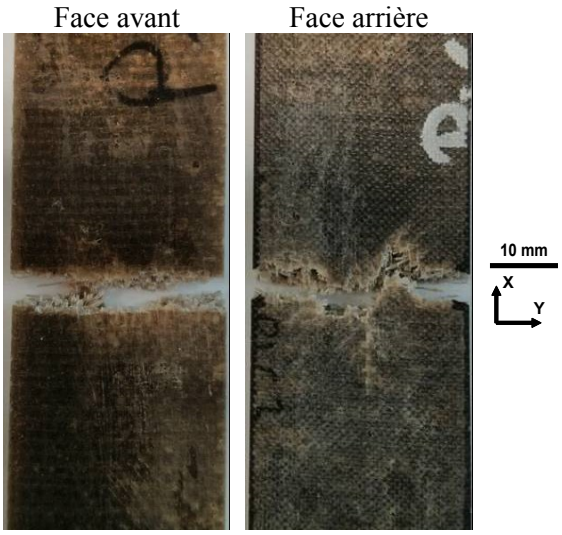


Figure 5.29 - Eprouvette de composite chanvre/époxy impactée à 5J puis rompue en fatigue à σ_{max}=80% σ_{5J}.

III.2.1 Influence sur la durée de vie en fatigue

Dans la figure 5.30, le nombre de cycles de fatigue à rupture pour chaque essai est représenté dans un diagramme de Wöhler modifié (contrainte normée), similaire à celui présenté dans la section II.2 de la PARTIE 4.

Dans ce diagramme, sur l'axe horizontal, est représenté le logarithme du nombre de cycles à rupture (N_f) pour chaque éprouvette. L'axe vertical représente la contrainte maximale appliquée lors de chaque essai de fatigue (σ_{max}), divisée par la contrainte à rupture en traction quasi-statique des éprouvettes non impactées ($\sigma_{0,0°}$). Les points relatifs à chaque essai sont représentés par les carrés bleus pour les éprouvettes non impactées (données des essais de la PARTIE 4) et par les cercles rouges pour les impactées. Les essais ont été limités à 10^6 cycles, et les points relatifs aux éprouvettes non rompues à l'arrêt de l'essai sont représentés par les flèches. Ces résultats sont présentés dans le tableau 5.3.

Ces résultats montrent que le nombre de cycles de fatigue à rupture des éprouvettes impactées présente une dispersion encore plus importante que celle des éprouvettes non impactées. Cette plus forte dispersion est due, probablement, à l'addition de la dispersion des essais d'impact et de la dispersion sur σ_{5J}. Cependant, ces résultats montrent aussi que, pour un même niveau de contrainte de fatigue, le nombre de cycles à rupture des éprouvettes impactées est significativement inférieur à celui des éprouvettes non impactées, comme attendu.

Dans la figure 5.31, les données de la figure 5.30 sont tracées à nouveau, mais pour les éprouvettes impactées, la contrainte maximale de fatigue (σ_{max}) est représentée sur l'axe vertical secondaire, cette fois divisée par la contrainte à rupture moyenne en traction des éprouvettes impactées à 5J (σ_{5J}). Pour les éprouvettes non impactées, la contrainte maximale de fatigue (σ_{max}) est représentée sur l'axe principal des ordonnées, normée par la contrainte à rupture moyenne en traction des éprouvettes non impactées ($\sigma_{0,0°}$), comme dans la figure 5.30.

Cette représentation met en évidence que les courbes S-N des éprouvettes impactées et non impactées ont une allure similaire, ce qui indique que le modèle utilisé pour modéliser la courbe S-N des éprouvettes non-impactées peut être applicable aussi à la courbe S-N des éprouvettes impactées.

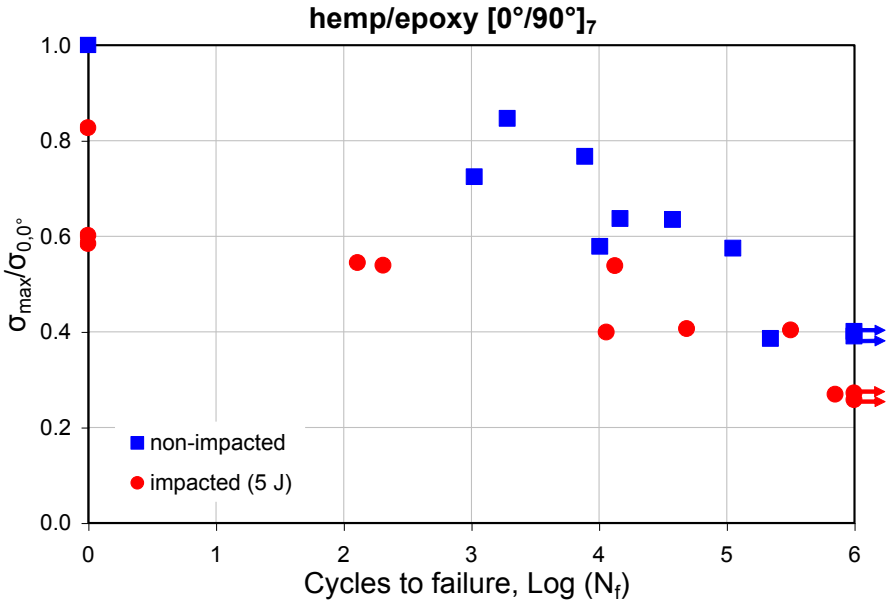


Figure 5.30 - Diagramme de Wöhler pour les éprouvettes de composite chanvre/époxy non impactées et impactées à 5J, avec la contrainte de fatigue normée par rapport à la contrainte à la rupture des éprouvettes non impactées.

Chanvre/époxy $[0°/90°]_7$ non-impacté			Chanvre/époxy $[0°/90°]_7$ impacté à 5J		
Niveau de charge	Nombre de cycles à rupture		Niveau de charge	Nombre de cycles à rupture	
$40\%\sigma_{0,0°}$	>1 000 000	Moyenne	$40\%\sigma_{5J} \approx 25\%\sigma_{0,0°}$	>1 000 000	Moyenne
	>1 000 000	>740 535		>1 000 000	>903 530
	221 607			710 589	
$60\%\sigma_{0,0°}$	112 540	Moyenne	$60\%\sigma_{5J} \approx 40\%\sigma_{0,0°}$	318 606	Moyenne
	37 927	55 060		48 862	126 312
	14 714			11 469	
$80\%\sigma_{0,0°}$	1 062	Moyenne	$80\%\sigma_{5J} \approx 55\%\sigma_{0,0°}$	13 397	Moyenne
	7 784	3 591		205	4 577
	1 926			129	

Tableau 5.3 - Nombre de cycles à rupture des éprouvettes chanvre/époxy, non impactées et impactées à 5J, testées en fatigue.

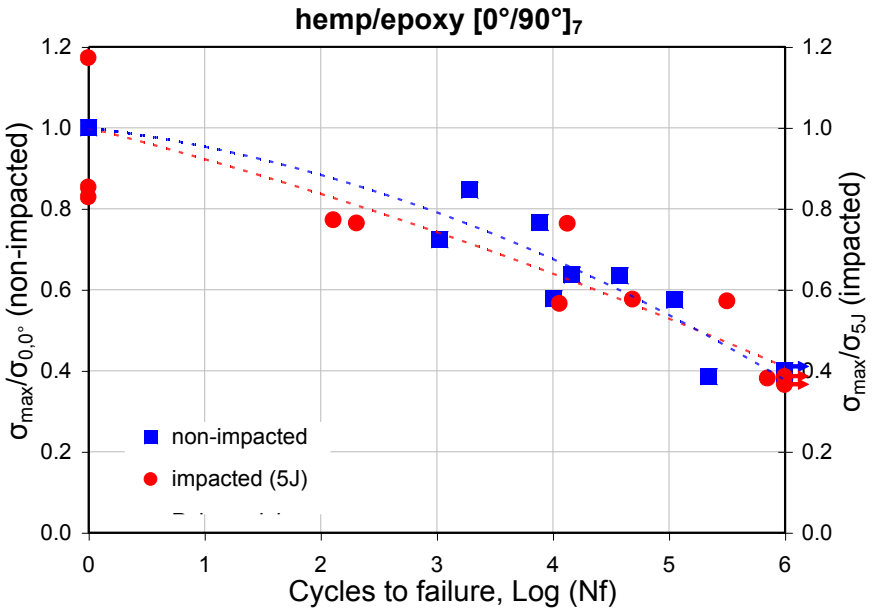


Figure 5.31 - Diagramme de Wöhler des éprouvettes de composite chanvre/époxy non impactées et impactées à 5J, avec la contrainte de fatigue normée par rapport à la contrainte à la rupture de chacun des deux types.

Dans le Chapitre II de la partie 4, nous avons utilisé le modèle d'Epaarachchi et Clausen (2003) (développé à l'origine pour des composites à fibre de verre non-impactés) pour modéliser la courbe S-N des essais de fatigue sur les éprouvettes chanvre/époxy non-impactées. Pour adapter ce modèle aux résultats des essais sur les éprouvettes impactées, on calcule le nombre de cycles à rupture théorique (*Nf*) avec l'équation suivante :

$$N_f = \left[1 + \left(\frac{\sigma_{5J}}{\sigma_{\max}} - 1\right) \frac{f^{\beta}}{\alpha(1-R)^{1,6-R|\sin\theta|}} \left(\frac{\sigma_{5J}}{\sigma_{\max}}\right)^{0,6-R|\sin\theta|}\right]^{\frac{1}{\beta}} \qquad \text{Équation 5.1}$$

Les paramètres α et β étant des paramètres matériau pour chaque type de drapage, nous utilisons donc les valeurs qui ont été déterminées expérimentalement dans la section II.3 de la PARTIE 4 pour les éprouvettes $[0°/90°]_7$ non-impactées : $\alpha = 0{,}035$ *et* $\beta = 0{,}316$.

La figure 5.32 montre le diagramme de Wöhler des résultats expérimentaux des éprouvettes impactées et non impactées, avec le modèle d'Epaarachchi et Clausen représenté par les lignes continues (bleue et rouge). Les lignes en pointillé délimitent les intervalles de dispersion pour ce modèle, qui sont calculés à partir des dispersions des contraintes à rupture en traction pour chaque type d'éprouvette.

Ces courbes montrent que ce modèle de comportement en fatigue représente bien les résultats expérimentaux et également la dispersion des résultats expérimentaux des essais de fatigue. Cela signifie que, pour le composite étudié, le modèle peut prédire l'influence de l'impact à basse vitesse sur

le comportement en fatigue, à partir du comportement en fatigue du matériau sain et de la valeur de la contrainte à rupture en traction du composite impacté. Ainsi on peut réduire le nombre d'essais expérimentaux. Par exemple, dans la figure 5.33, sont représentées la courbe S-N pour les éprouvettes non-impactées et les courbes S-N théoriques du modèle d'Epaarachchi et Clausen à partir des contraintes à rupture résiduelles en traction des éprouvettes impactées à 2,5 J, 5J et 10J.

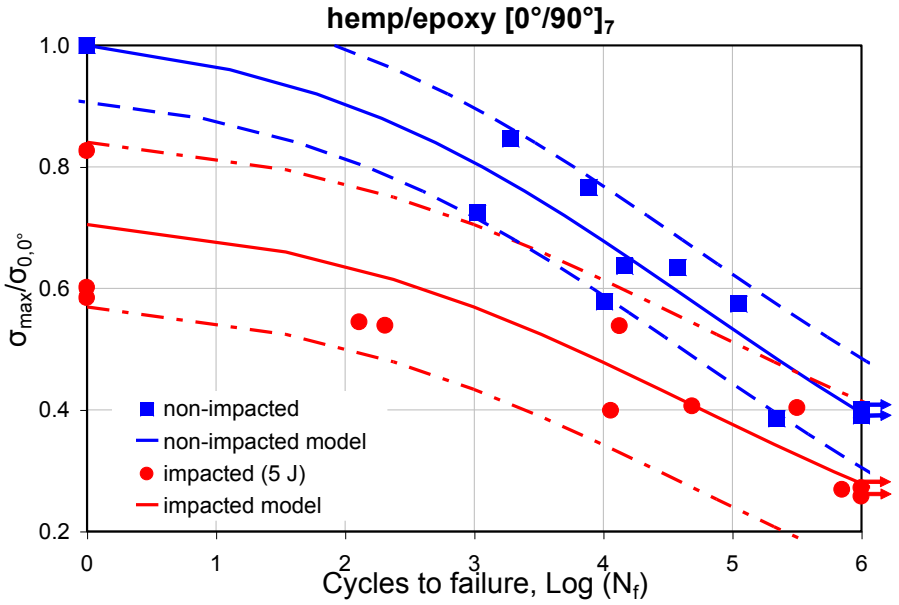


Figure 5.32 - Diagramme de Wöhler avec comparaison des essais et du modèle pour les éprouvettes de chanvre/époxy non impactées et impactées à 5J (contrainte de fatigue normée par rapport à la contrainte à la rupture des éprouvettes non impactées).

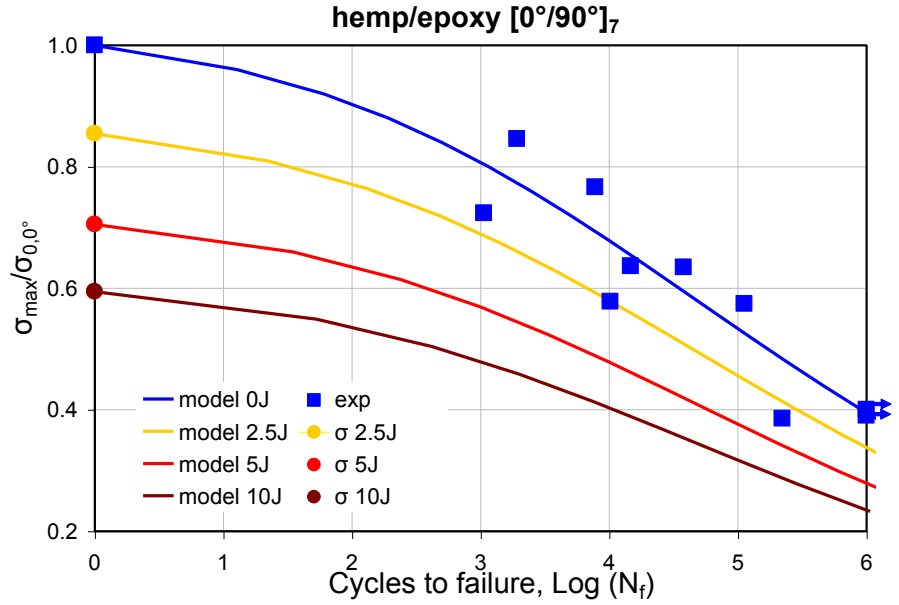


Figure 5.33 - Prévision de la durée de vie en fatigue pour le composite chanvre/époxy impacté à 2,5J, 5J et 10J.

III.2.2 Influence sur l'évolution de l'endommagement

L'évolution de l'endommagement pendant les essais de fatigue des éprouvettes impactées a été suivie par la technique d'émission acoustique.

Les événements acoustiques suivis au cours des essais de fatigue post-impact sont présentés dans la figure 5.34 pour des éprouvettes testées en fatigue avec les contraintes maximales de 40%, 60% et 80% de la contrainte à rupture post-impact ($\sigma_{5,I}$), respectivement. Dans les graphes de gauche, l'axe vertical représente la longueur de la zone utile des éprouvettes et la zone impactée est indiquée par une croix. L'axe horizontal représente le nombre de cycles de fatigue normé par rapport au nombre de cycles à rupture. Les graphes de droite représentent les courbes du nombre d'événements acoustiques, par famille d'endommagement, en fonction de la position X sur l'axe longitudinal dans la zone utile de l'éprouvette. Cette séparation par famille d'endommagement (fibre, interface ou matrice) pour le composite chanvre/époxy, a été présentée dans la section V.2 de la PARTIE 2.

Ces graphes montrent que, pour les trois niveaux de charge de fatigue appliqués, les événements acoustiques apparaissent tout au long de l'essai de fatigue, mais ils sont concentrés dans la zone impactée, zone où la rupture finale se produit. Les distributions par famille montrent que ce sont principalement les événements relatifs aux ruptures de fibres qui se concentrent dans cette zone.

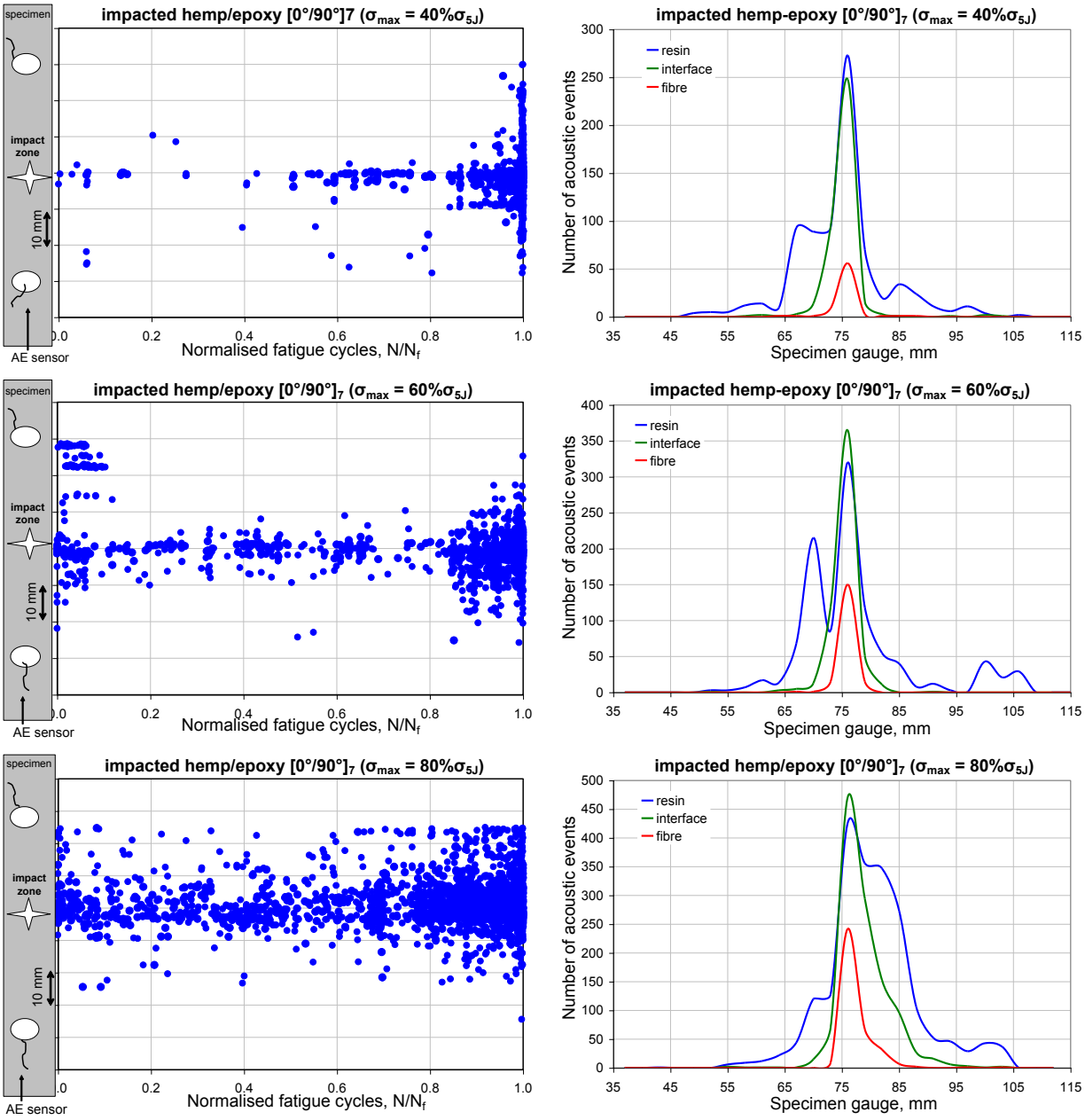


Figure 5.34 - Répartition des événements acoustiques pendant les essais de fatigue sur les éprouvettes de composite chanvre/époxy impactées à 5J (à gauche) et nombre d'évènements acoustiques, par famille, en fonction de la position sur la longueur des éprouvettes (à droite).

Sur la figure 5.35a sont représentées les courbes du nombre cumulé d'événements acoustiques en fonction de la position X pour les éprouvettes impactées pour les trois niveaux de contrainte étudiés. Si on compare les courbes de cette figure avec celles obtenues pour les éprouvettes non impactées (Figure 5.35b), on vérifie bien que les événements acoustiques sont répartis de façon plus uniforme sur toute la longueur de l'éprouvette dans le cas des éprouvettes non impactées.

La figure 5.35a montre également que le nombre total d'événements acoustiques augmente de façon significative avec le niveau de contrainte appliquée, comme on peut le voir également sur la figure 5.36. Les systèmes d'émission acoustique utilisés pour les éprouvettes non impactées et les

éprouvettes impactées n'étant pas les mêmes, il est délicat de comparer directement les nombres d'événements acoustiques enregistrés sur les éprouvettes impactées et non impactées. Cependant, il apparaît quand même que le nombre d'événements acoustiques est nettement supérieur pour les éprouvettes impactées que pour les éprouvettes non impactées (environ un facteur 5) (Figure 5.36).

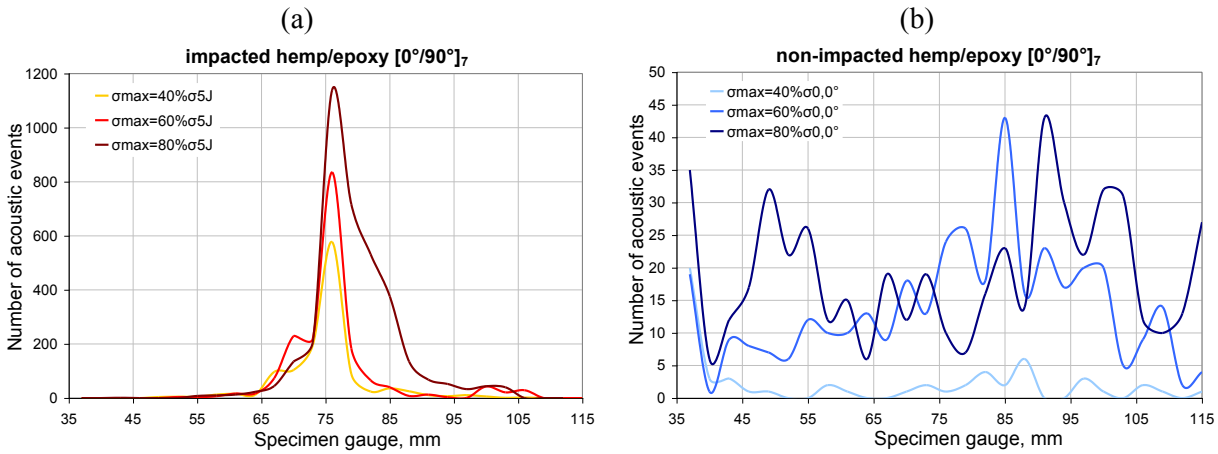


Figure 5.35 - Nombre cumulé d'évènements acoustiques en fonction de la position pour les éprouvettes de chanvre/époxy impactées (a) et non impactées (b), pour les trois niveaux de contrainte étudiés.

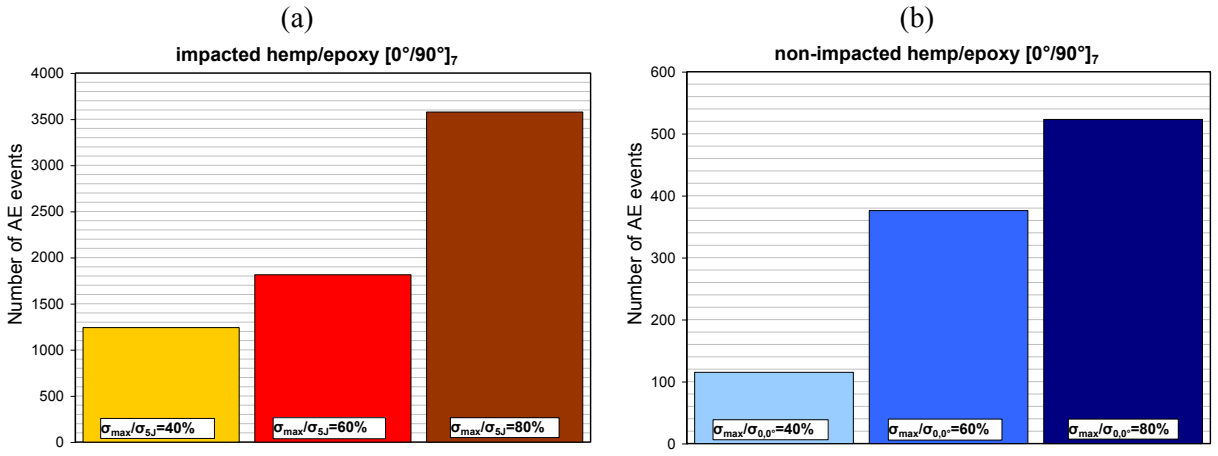


Figure 5.36 - Nombre total d'événements acoustiques enregistrés sur les composites chanvre/époxy impactés (a) et non impactés (b), par niveau de charge de fatigue.

Le nombre cumulé des événements acoustiques enregistré au cours des essais de fatigue sur les éprouvettes impactées est tracé, dans la figure 5.37a, en fonction du nombre de cycles de fatigue, normé par rapport au nombre de cycles à rupture, pour les trois niveaux de charge appliquée. Cette évolution des événements acoustiques indique l'évolution de l'endommagement du matériau lors des essais de fatigue. On observe sur ces courbes une évolution graduelle et lente du nombre d'événements acoustiques durant la plus grande partie de l'essai, puis une augmentation rapide et marquée dans les derniers cycles.

Dans la PARTIE 4, nous avons montré que l'évolution de l'endommagement en fatigue des éprouvettes non impactées se présente avec trois phases distinctes (Figure 5.37b), et nous avons proposé des mécanismes d'endommagement pour chaque phase, en nous appuyant sur les mécanismes proposés par Reifsnider et Schulte [Reifsnider et al., 1983 ; Schulte et al., 1985] et sur les observations des endommagements.

En comparant avec le scénario proposé pour le composite non impacté, les résultats pour les éprouvettes impactées montrent que la phase I, qui est caractérisée par l'endommagement initial de l'interface fil/résine et par la création de microfissures transverses dans la matrice, est quasiment voire totalement inexistante. D'autre part, il a été montré dans la section II.2 que l'impact a généré ces mêmes types d'endommagement. Ainsi, nous pouvons en déduire que la phase I du scénario de l'endommagement en fatigue a été substituée par l'impact mécanique, et que l'endommagement en fatigue du composite chanvre/époxy impacté se compose des deux phases d'évolution suivantes :

Phase II'

Elle correspond à la coalescence et la croissance des fissures matricielles (type 2) et des fissures interfaciales (type 1), initialement créées par l'impact.

Phase III'

Elle est caractérisée par le développement final des endommagements d'interface, des fissures matricielles et des ruptures des fibres conduisant à la rupture de fils et à la rupture finale de l'éprouvette.

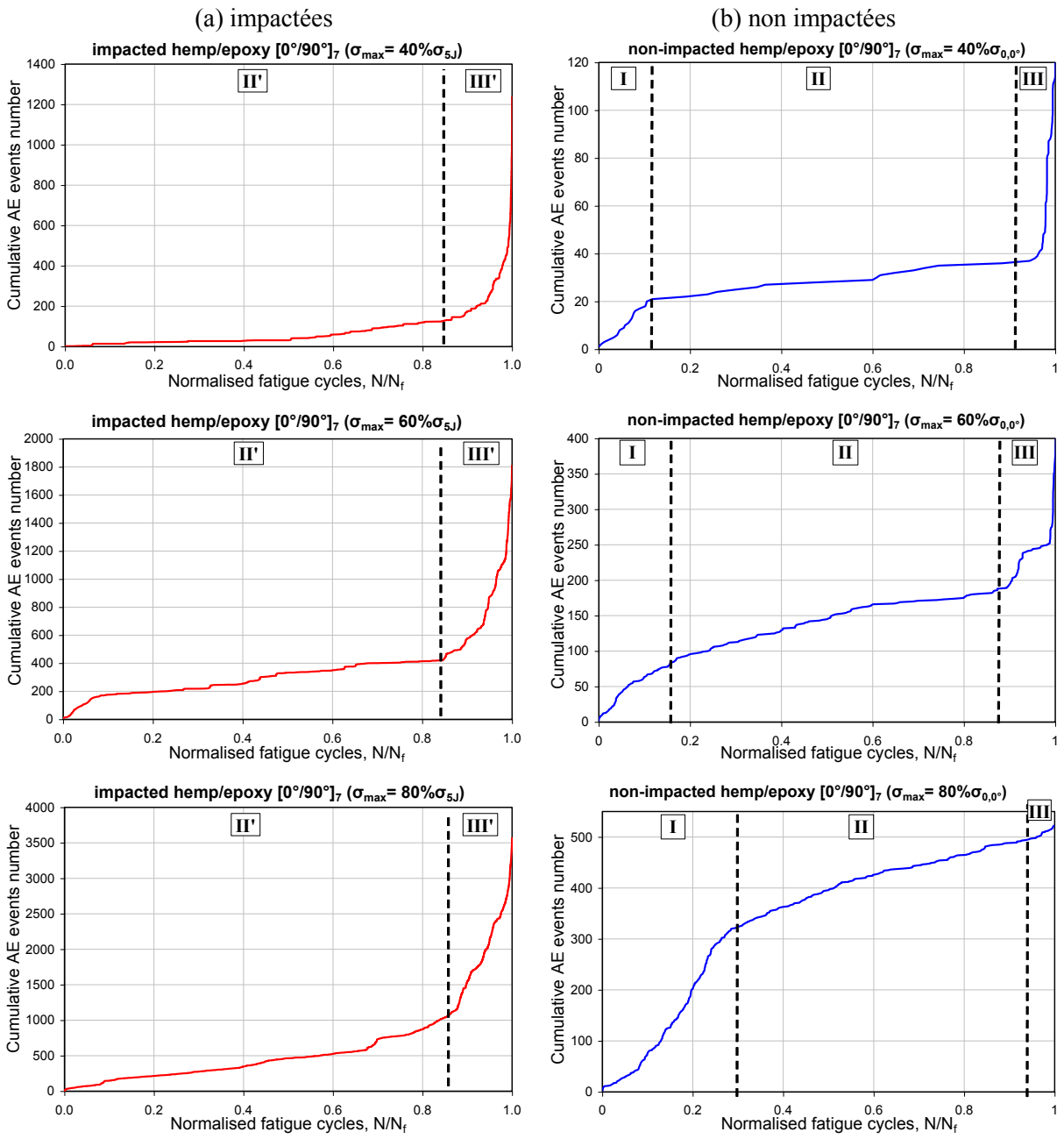


Figure 5.37 - Nombre cumulé des événements acoustiques en fonction du nombre normé de cycles de fatigue pour des éprouvettes impactées (a) et non impactées (b), pour les trois niveaux de charge de fatigue.

Conclusions de la partie 5

Cette partie a porté sur la tenue à l'impact et le comportement mécanique post-impact d'un composite $[0°/90°]_7$ de tissu de chanvre et matrice époxy.

Le composite tissé chanvre/époxy étudié a été soumis à des tests d'impact mécanique. Les résultats des essais d'impact, c'est-à-dire, la charge maximale, l'énergie récupérée et l'énergie absorbée, ont été étudiés et comparés à ceux trouvés dans la littérature pour d'autres composites. L'analyse par microscopie optique des éprouvettes impactées a également permis la caractérisation fine des endommagements dus à l'impact. La comparaison avec des composites à fibres synthétiques (données de la littérature) a permis de montrer que l'éco-composite étudié a un comportement assez similaire à celui de ces composites plus classiques.

L'influence des endommagements dus à l'impact sur la résistance à la traction et la rigidité a également été étudiée. Sur la base de ces résultats, le niveau d'énergie d'impact de 5J a été choisi pour les essais de fatigue post-impact.

Ensuite, le comportement en fatigue des éprouvettes impactées a été analysé et comparé à celui d'échantillons non impactés. Les résultats montrent, comme attendu, que la résistance à la fatigue est réduite pour les éprouvettes impactées. Il a également été montré que le modèle utilisé pour les éprouvettes non impactées peut s'appliquer aux éprouvettes impactées. Il est donc possible de prédire la durée de vie en fatigue du composite impacté à partir de sa contrainte à rupture en traction et du comportement en fatigue du matériau sain, ce qui permet de réduire le nombre d'essais expérimentaux. De plus, pour le composite impacté testé en fatigue, les endommagements, suivis par émission acoustique, sont concentrés dans la zone impactée, où la rupture finale a lieu, et dépendent directement du niveau de contrainte de fatigue.

Les résultats obtenus ont montré l'influence d'un impact non destructif sur la durée de vie en fatigue de ce composite ; ils ont égalent permis de caractériser l'évolution de l'endommagement et de proposer un scénario d'endommagement.

Conclusions générales et perspectives

Ce travail de thèse a porté sur l'étude du comportement en fatigue avant et après impact de composites tissés chanvre/époxy.

L'utilisation des fibres d'origine végétale dans les matériaux composites constitue en effet une alternative écologique intéressante à l'utilisation massive des fibres de verre. Mais pour pouvoir développer l'usage industriel de ces éco-composites, il est nécessaire de qualifier leur tenue mécanique en conditions réelles, et en particulier leur comportement en fatigue cyclique et leur résistance à l'impact.

Pour réaliser cette étude, différentes étapes ont été effectuées.

Tout d'abord, des essais mécaniques de traction quasi-statique et de chargements répétés progressifs ont été réalisés sur les constituants du composite : la résine époxy seule et le fil de chanvre (imprégné ou non de résine). Les résultats ont montré que le comportement des fils de chanvre imprégnés par de la résine est plus représentatif du comportement des fils dans le composite que celui des fils secs, classiquement considéré. Ces essais ont également permis de déterminer les paramètres matériaux nécessaires pour l'élaboration d'un modèle numérique par éléments finis d'un pli de composite chanvre/époxy. Ce modèle est basé sur une simplification de la représentation du tissu, avec un nombre limité d'éléments, tout en conservant une modélisation de chaque fil et de la résine. De plus, la variabilité des propriétés des constituants a été prise en compte dans ce modèle. Dans cette première version du modèle, le comportement des interfaces a été estimé. Les premiers résultats obtenus sont prometteurs. En particulier, les champs de déformation en traction ont été comparés avec ceux mesurés par la technique de corrélation d'images à la surface des échantillons de composite. Ces mesures ont permis de montrer l'influence directe de la position des fils de trame et de chaîne sur les déformations surfaciques du composite. Cette influence se retrouve dans les simulations numériques obtenues avec le modèle développé.

Ensuite, des essais de fatigue cyclique sur la résine époxy seule et sur des éprouvettes de composite monofilamentaire ont été réalisés. Les résultats ont montré une rupture précoce des échantillons monofilamentaires comparée à celle des éprouvettes de résine pure. Ils ont également montré que les éprouvettes de composite monofilamentaire présentent une augmentation du module sécant avant la

fragmentation du fil, tandis que la rigidité de la résine époxy seule diminue au cours de la fatigue. Cette augmentation de la rigidité du composite monofilamentaire, que l'on retrouvera pour le composite tissé, est donc directement liée à l'augmentation de la rigidité du fil de chanvre sous l'effet d'un effort de traction.

Pour analyser le comportement en fatigue du composite tissé chanvre/époxy, des essais multi-instrumentés ont été réalisés pour les deux orientations $[0°/90°]_7$ et $[\pm45°]_7$. Au cours des essais, l'échauffement a été mesuré par caméra infrarouge. Les champs de température ainsi obtenus ont montré l'apparition progressive de zones de concentration de chaleur, directement liée au développement d'endommagements à l'intérieur des éprouvettes. Les endommagements ont été suivis par émission acoustique et visualisés par une caméra haute résolution. Les signaux acoustiques ont été classés en trois catégories d'amplitude, qui ont été corrélées à trois principaux mécanismes d'endommagement : fissures matricielles, décohésion de l'interface renfort/matrice et rupture de fibres. De plus, des observations post-mortem ont été effectuées par microscopie et par microtomographie à rayons X. Une analyse approfondie des mécanismes d'endommagement a ainsi pu être réalisée. Les différents types d'endommagement, leur nombre et leur distribution spatiale ont été étudiés. Une comparaison quantitative inédite entre la microtomographie et l'émission acoustique a également été effectuée. D'autre part, l'analyse par microtomographie X à grande résolution a permis de visualiser clairement l'endommagement de l'interface fil/matrice dans ces matériaux. L'ensemble des résultats obtenus a permis de proposer un scénario détaillé d'endommagement, en trois étapes.

Enfin, un modèle analytique de courbe S-N de fatigue, basé sur une loi puissance et initialement développé pour des composites à fibres de verre, a été adapté avec succès aux composites chanvre/époxy étudiés. Ce modèle analytique a également été utilisé pour comparer les résultats obtenus avec ceux de composites à fibres de verre, trouvés dans la littérature. Cette comparaison a permis de montrer que la résistance relative en fatigue du composite chanvre/époxy est supérieure à celle de composites à fibres de verre et matrice époxy.

Ensuite, nous avons étudié la tenue à l'impact et le comportement mécanique post-impact du composite $[0°/90°]_7$ de tissu de chanvre et matrice époxy. Les essais ont été réalisés au cours d'un séjour de trois mois à l'Université La Sapienza à Rome (Italie). Les résultats des essais d'impact, c'est-à-dire, la charge maximale, l'énergie restituée et l'énergie absorbée, ont été étudiés et comparés à ceux trouvés dans la littérature pour d'autres composites. L'analyse par microscopie optique des éprouvettes impactées a également permis la caractérisation fine des endommagements dus à l'impact. La comparaison avec des composites à fibres synthétiques (données de la littérature) a permis de montrer que l'éco-composite étudié a un comportement sous impact assez similaire à celui de ces composites plus classiques.

L'influence des endommagements dus à l'impact sur la résistance à la traction et sur la rigidité a également été étudiée. Sur la base de ces résultats, le niveau d'énergie d'impact de 5J a été choisi pour les essais de fatigue post-impact.

Le comportement en fatigue des éprouvettes impactées a été analysé et comparé à celui d'échantillons non impactés. Les résultats montrent, comme attendu, que la résistance à la fatigue est réduite pour les éprouvettes impactées. Il a également été montré que le modèle analytique utilisé pour les éprouvettes non impactées peut s'appliquer aux éprouvettes impactées. Il est donc possible de prédire la durée de vie en fatigue du composite impacté à partir de sa contrainte à rupture en traction et du comportement en fatigue du matériau sain, ce qui permettra de réduire le nombre d'essais expérimentaux. Au cours des essais de fatigue sur le composite impacté, les endommagements ont été suivis par émission acoustique. Les résultats montrent que les endommagements sont concentrés dans la zone impactée, où la rupture finale a lieu, et dépendent directement du niveau de contrainte de fatigue. Ils ont également permis de proposer un scénario d'endommagement avec, cette fois, seulement deux étapes, les endommagements initiaux ayant été créés par l'impact lui-même.

L'ensemble de ces résultats constitue donc une solide base de données sur le comportement en fatigue avant et après impact de ces composites tissés chanvre/époxy. Il ouvre également de nombreuses perspectives.

Par exemple, il serait intéressant de pousser plus loin la comparaison entre l'analyse quantitative des endommagements par microtomographie X et par émission acoustique. Les premiers résultats obtenus lors de ce travail ont montré une bonne corrélation entre les nombres d'endommagements détectés à rupture dans les composites chanvre/époxy par ces deux techniques. Il pourrait donc être intéressant de mettre en correspondance les salves d'émission acoustique avec les endommagements observés dans le volume de l'échantillon. Cela donnerait de précieuses informations pour l'analyse des résultats d'émission acoustique.

On peut également envisager d'optimiser le matériau chanvre/époxy en lui-même. Certes, les résultats obtenus au cours de la thèse ont montré que les composites chanvre/époxy étudiés avaient des propriétés mécaniques déjà très intéressantes, et tout à fait comparables à celles de composites plus traditionnels, comme ceux renforcés par des fibres de verre. Cependant, la qualité des plaques de composite utilisées dans ce travail peut encore être améliorée. Une optimisation du procédé de fabrication, en particulier pour diminuer le taux de porosité et augmenter l'imprégnation de la résine dans les fils, permettrait donc d'obtenir des composites chanvre/époxy encore plus performants, et sans doute avec moins de variabilité. De plus, dans ce travail, la résine époxy utilisée est une résine industrielle classique. Il serait intéressant de la remplacer par une résine époxy biosourcée, afin de rendre ce matériau encore plus écologique. Les liaisons fils-résine s'en trouveraient peut-être renforcées, ce qui permettrait encore d'améliorer la qualité de l'interface fil/résine. En effet, l'interface fibre/résine reste un point faible dans ces composites. Une meilleure connaissance des propriétés

physiques et mécaniques de l'interaction entre les fibres et la résine pourrait permettre d'optimiser l'interface fil/matrice, et également d'alimenter les paramètres de contact dans le modèle numérique du composite tissé.

Une autre des perspectives à envisager est effectivement de continuer le développement de ce modèle numérique du composite à renfort tissé, dont les résultats initiaux sont prometteurs. La prochaine étape serait donc de déterminer l'ensemble des paramètres régissant les interactions entre les constituants : fil/résine et fil/fil. Ensuite, le nombre de plis modélisés pourrait être augmenté, pour se rapprocher du matériau réel. L'interaction entre les plis devra alors être prise en compte. Enfin, des simulations de chargement cyclique pourront être effectuées, afin de reproduire le comportement en fatigue du composite chanvre/époxy.

Références

[**Abot et al.**, **2013**] Effects of cultural conditions on the hemp (Cannabis sativa) phloem fibres: Biological development and mechanical properties. *Journal of Composite Materials*, 47(8), pp.1067–1077.

[**Ahmed et al.**, **2007**] Low Velocity Impact on Woven Glass Composites Reinforced with Metal Mesh Layers. In *16TH International Conference on Composite Materials (ICCM-16)*. Kyoto, Japan.

[**Azouaoui et al.**, **2001**] Modelling of damage and failure of glass/epoxy composite plates subject to impact fatigue. *International Journal of Fatigue*, 23(10), pp.877–885.

[**Beheshty et al.**, **1999**] An empirical fatigue-life model for high-performance fibre composites with and without impact damage. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 30(8), pp.971–987.

[**Belingardi and Vadori**, **2002**] Low velocity impact tests of laminate glass-fiber-epoxy matrix composite material plates. *International Journal of Impact Engineering*, 27(2), pp.213–229.

[**Bizeul et al.**, **2010**] Influence of woven ply degradation on fatigue crack growth in thin notched composites under tensile loading. *International Journal of Fatigue*, 32(1), pp.60–65.

[**Bonnafous**, **2010**] *Analyse multi échelle des mécanismes d'endommagement de composites chanvre/époxy à renforts tissés. Caractérisation de l'interface fibre/matrice.* Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique.

[**Bonnafous et al.**, **2010**] Multi scale analysis by acoustic emission of damage mechanisms in natural fibre woven fabrics/epoxy composites. In *14th International Conference on Experimental Mechanics (ICEM-14)*. Poitiers, France.

[**Bourchak et al.**, **2007**] Acoustic emission energy as a fatigue damage parameter for CFRP composites. *International Journal of Fatigue*, 29(3), pp.457–470.

[**Bueno et al.**, **2008**] Reduced strength degradation of alumina–aluminium titanate composite subjected to low-velocity impact loading. *Journal of the European Ceramic Society*, 28(15), pp.2923–2931.

[**Cantwell and Morton**, **1989**] Geometrical effects in the low velocity impact response of CFRP. *Composite Structures*, 12(1), pp.39–59.

[**Cantwell and Morton**, **1991**] The impact resistance of composite materials — a review. *Composites*, 22(5), pp.347–362.

[**Caprino et al.**, **2011**] Irreversibly absorbed energy and damage in GFRP laminates impacted at low velocity. *Composite Structures*, 93(11), pp.2853–2860.

[**Caprino and D'Amore**, **1998**] Flexural fatigue behaviour of random thermoplastic composites. *Composites Science and Technology*, 58(97), pp.957–965.

[**Caprino and Giorleo**, **1999**] Fatigue lifetime of glass fabric/epoxy composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 30(3), pp.299–304.

[**Corbiere-Nicollier et al.**, **2001**] Life cycle assessment of biofibres replacing glass fibres as reinforcement in plastics. *Resources, conservation and recycling*, 33, pp.267–287.

[**D'Amore et al.**, **1996**] Effect of Stress Ratio on the Flexural Fatigue Behaviour of Continuous Strand Mat Reinforced Plastics. *Science and Engineering of Composite Materials*, 5(1), pp.1–8.

[**David-West et al.**, **2011**] A study of the effect of strain rate and temperature on the characteristics of quasi-unidirectional natural fibre-reinforced composites. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part L: Journal of Materials Design and Applications*, 225(3), pp.133–148.

[**Degrieck and Van Paepegem**, **2001**] Fatigue damage modeling of fibre-reinforced composite materials: review. *Applied Mechanics Reviews*, 54, pp.279–300.

[**Dehkordi et al.**, **2010**] Low velocity impact properties of intra-ply hybrid composites based on basalt and nylon woven fabrics. *Materials & Design*, 31(8), pp.3835–3844.
[**Demers**, **1998**] Tension–tension axial fatigue of E-glass fiber-reinforced polymeric composites: fatigue life diagram. *Construction and Building Materials*, 12(5), pp.303–310.
[**Dhakal et al.**, **2012**] Low-velocity impact response of non-woven hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites: Influence of impactor geometry and impact velocity. *Composite Structures*, 94(9), pp.2756–2763.
[**Dhakal et al.**, **2007**] The low velocity impact response of non-woven hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites. *Composite Structures*, 81(4), pp.559–567.
[**Duell**, **2004**] Impact Testing of Advanced Composites. In *Advanced Topics in Characterization of Composites*. Trafford Publishing, pp. 97–112.
[**Dyer and Isaac**, **1998**] Fatigue behaviour of continuous glass fibre reinforced composites. *Composites Part B: Engineering*, 29(6), pp.725–733.
[**Dzenis**, **2003**] Cycle-based analysis of damage and failure in advanced composites under fatigue 1. Experimental observation of damage development within loading cycles. *International Journal of Fatigue*, 25(6), pp.499–510.
[**Ecault et al.**, **2013**] A study of composite material damage induced by laser shock waves. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 53, pp.54–64.
[**Epaarachchi and Clausen**, **2003**] An empirical model for fatigue behavior prediction of glass fibre-reinforced plastic composites for various stress ratios and test frequencies. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 34(4), pp.313–326.
[**Faruk et al.**, **2012**] Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010. *Progress in Polymer Science*, 37(11), pp.1552–1596.
[**Ferreira et al.**, **1999**] Analysis of fatigue and damage in glass-fibre-reinforced polypropylene composite materials. *Composites science and technology*, 59(10), pp.1461–1467.
[**Fruehmann et al.**, **2010**] Assessment of fatigue damage evolution in woven composite materials using infra-red techniques. *Composites Science and Technology*, 70(6), pp.937–946.
[**Garnier et al.**, **2013**] Fatigue behavior of impacted composite structures. *Composite Structures*, 100, pp.443–450.
[**Gassan**, **2002**] A study of fibre and interface parameters affecting the fatigue behaviour of natural fibre composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 33, pp.369–347.
[**Ghasemi Nejhad and Parvizi-Majidi**, **1990**] Impact behaviour and damage tolerance of woven carbon fibre-reinforced thermoplastic composites. *Composites*, 21(2), pp.155–168.
[**Godin et al.**, **2006**] Influence of hydrolytic ageing on the acoustic emission signatures of damage mechanisms occurring during tensile tests on a polyester composite: Application of a Kohonen's map. *Composite Structures*, 72(1), pp.79–85.
[**Guillebaud-Bonnafous et al.**, **2012**] Experimental and numerical investigation of the interface between epoxy matrix and hemp yarn. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 43(11), pp.2046–2058.
[**Hbib et al.**, **2011**] Interfacial damage in biopolymer composites reinforced using hemp fibres: Finite element simulation and experimental investigation. *Composites Science and Technology*, 71(11), pp.1419–1426.
[**Hebert et al.**, **2008**] Shock loading and drop weight impact response of glass reinforced polymer composites. *Composite Structures*, 84(3), pp.199–208.
[**Hosseinzadeh et al.**, **2006**] Damage behavior of fiber reinforced composite plates subjected to drop weight impacts. *Composites Science and Technology*, 66(1), pp.61–68.
[**Hosur, Karim et al.**, **2003**] Experimental investigations on the response of stitched/unstitched woven S2-glass/SC15 epoxy composites under single and repeated low velocity impact loading. *Composite Structures*, 61(1-2), pp.89–102.
[**Hosur, Jeelani et al.**, **2003**] Survivability of Affordable Aircraft Composite Structures. Volume 3: Characterization of Affordable Woven Carbon/Epoxy Composites Under Low-Velocity Impact, TUSKEGEE UNIV AL CENTER FOR ADVANCED MATERIALS.
[**Hwang and Han**, **1986**] Fatigue of Composites--Fatigue Modulus Concept and Life Prediction. *Journal of Composite Materials*, 20(2), pp.154–165.

[**Ivanov and Tabiei**, **2001**] Three-dimensional computational micro-mechanical model for woven fabric composites. *Composite structures*, 54(4), pp.489–496.
[**Joshi et al.**, **2004**] Are natural fiber composites environmentally superior to glass fiber reinforced composites? *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 35(3), pp.371–376.
[**Kang and Kim**, **2009**] Effect of shape memory alloy on impact damage behavior and residual properties of glass/epoxy laminates under low temperature. *Composite Structures*, 88(3), pp.455–460.
[**Kang and Kim**, **2004**] Fatigue life prediction of impacted carbon/epoxy laminates under constant amplitude loading. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 35(5), pp.529–535.
[**Karakuzu et al.**, **2010**] Impact characterization of glass/epoxy composite plates: An experimental and numerical study. *Composites Part B: Engineering*, 41(5), pp.388–395.
[**Karaouni**, **2001**] *Nouveaux outils pour la conception fiable des structures*. Thèse de Doctorat, Ecole Polytechnique.
[**Kastner et al.**, **2010**] Defect and porosity determination of fibre reinforced polymers by X-ray computed tomography. In *2nd Int. Symposium on NDT in Aerospace*. Hamburg, pp. 1–12.
[**Komus**, **2010**] *Fatigue behaviour of a barely visible impact damaged carbon fibre reinforced epoxy laminate*. Thèse de Doctorat, University of Manitoba.
[**Kotsikos et al.**, **2000**] Environmentally enhanced fatigue damage in glass fibre reinforced composites characterised by acoustic emission. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 31(9), pp.969–977.
[**Ku et al.**, **2011**] A review on the tensile properties of natural fiber reinforced polymer composites. *Composites Part B: Engineering*, 42(4), pp.856–873.
[**Ku et al.**, **2005**] Drop Weight Impact Test Fracture of Vinyl Ester Composites: Micrographs of Pilot Study. *Journal of Composite Materials*, 39(18), pp.1607–1620.
[**Leone et al.**, **2006**] Interpreting acoustic emission signals by artificial neural networks to predict the residual strength of pre-fatigued GFRP laminates. *Composites science and technology*, 66(2), pp.233–239.
[**Liang et al.**, **2012**] A comparative study of fatigue behaviour of flax/epoxy and glass/epoxy composites. *Composites Science and Technology*, 72(5), pp.535–543.
[**Liang**, **2012**] *Etude de comportement en fatigue des composites renforcés par fibres végétales: prise en compte de la variabilité des propriétés*. Thèse de Doctorat, Université de Bourgogne.
[**Ma et al.**, **2011**] The Effect of Fiber Twist on the Mechanical Properties of Natural Fiber Reinforced Composites. In *18TH INTERNATIONAL CONFERENCE ON COMPOSITE MATERIALS*. Jeju, Korea.
[**Madsen et al.**, **2007**] Plant fibre composites – porosity and volumetric interaction. *Composites Science and Technology*, 67(7-8), pp.1584–1600.
[**El Mahi and Bezazi**, **2008**] Describing the Flexural Behaviour of Cross-ply Laminates Under Cyclic Fatigue. *Applied Composite Materials*, 16(1), pp.33–53.
[**Mandell et al.**, **1992**] *Fatigue of fiberglass wind turbine blade materials*, Sandia National Laboratories.
[**Mandell et al.**, **1993**] Fatigue performance of wind turbine blade composite materials. *Wind Energy*, 14, pp.191–198.
[**Marcin**, **2010**] *Modélisation du comportement, de l'endommagement et de la rupture de matériaux composites à rendorts tissés pour le dimensionnement robuste de structures*. Thèse de Doctorat, Université Bordeaux 1.
[**Mechraoui et al.**, **2012**] Reliability of damage mechanism localisation by acoustic emission on glass/epoxy composite material plate. *Composite Structures*, 94(5), pp.1483–1494.
[**Meredith et al.**, **2012**] Natural fibre composite energy absorption structures. *Composites Science and Technology*, 72(2), pp.211–217.
[**Mishra et al.**, **2003**] Studies on mechanical performance of biofibre/glass reinforced polyester hybrid composites. *Composites science and technology*, 63(10), pp.1377–1385.
[**Mohamed Kaleemulla and Siddeswarappa**, **2011**] Low velocity impact fatigue studies on hybrid composite laminates with varied material and test parameters–effect of impact energy and fibre volume fraction. *International Journal of Structural Engineering*, 2(1), pp.1–12.

[**Naik et al.**, **2000**] Damage in woven-fabric composites subjected to low-velocity impact. *Composites Science and Technology*, 60(5), pp.731–744.
[**Nunes et al.**, **2004**] Evaluation of the damaged area of glass-fiber-reinforced epoxy-matrix composite materials submitted to ballistic impacts. *Composites Science and Technology*, 64(7-8), pp.945–954.
[**Padaki et al.**, **2008**] Low velocity impact behaviour of textile reinforced composites. *Indial Journal of Fibre & Textile Research*, 33, pp.189–202.
[**Van Paepegem and Degrieck**, **2002a**] A new coupled approach of residual stiffness and strength for fatigue of fibre-reinforced composites. *International Journal of Fatigue*, 24, pp.747–762.
[**Van Paepegem and Degrieck**, **2002b**] Coupled residual stiffness and strength model for fatigue of fibre-reinforced composite materials. *Composites science and technology*, 62, pp.687–696.
[**Van Paepegem and Degrieck**, **2001a**] Experimental set-up for and numerical modelling of bending fatigue experiments on plain woven glass/epoxy composites. *Composite structures*, 51(1), pp.1–8.
[**Van Paepegem and Degrieck**, **2001b**] Fatigue degradation modelling of plain woven glass/epoxy composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 32(10), pp.1433–1441.
[**Van Paepegem and Degrieck**, **2003**] Modelling damage and permanent strain in fibre-reinforced composites under in-plane fatigue loading. *Composites Science and Technology*, 63(5), pp.677–694.
[**Pan**, **1993**] Prediction of statistical strengths of twisted fibre structures. *Journal of materials science*, 28, pp.6107–6114.
[**Pandita et al.**, **2001**] Tensile fatigue behaviour of glass plain-weave fabric composites in on- and off-axis directions. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 32(10), pp.1533–1539.
[**Passipoularidis et al.**, **2011**] Fatigue life prediction in composites using progressive damage modelling under block and spectrum loading. *International Journal of Fatigue*, 33(2), pp.132–144.
[**Patterson et al.**, **2012**] Dimensional quantification of embedded voids or objects in three dimensions using X-ray tomography. *Microscopy and Microanalysis*, 18(2), pp.390–398.
[**Petermann and Schulte**, **2002**] The effects of creep and fatigue stress ratio on the long-term behaviour of angle-ply CFRP. *Composite Structures*, 57(1-4), pp.205–210.
[**Petit et al.**, **2007**] Impact and compression after impact experimental study of a composite laminate with a cork thermal shield. *Composites Science and Technology*, 67(15-16), pp.3286–3299.
[**Philippidis and Assimakopoulou**, **2008a**] Strength degradation due to fatigue-induced matrix cracking in FRP composites: An acoustic emission predictive model. *Composites Science and Technology*, 68(15-16), pp.3272–3277.
[**Philippidis and Assimakopoulou**, **2008b**] Using acoustic emission to assess shear strength degradation in FRP composites due to constant and variable amplitude fatigue loading. *Composites Science and Technology*, 68(3), pp.840–847.
[**Philippidis and Passipoularidis**, **2007**] Residual strength after fatigue in composites: Theory vs. experiment. *International Journal of Fatigue*, 29(12), pp.2104–2116.
[**Philippidis and Vassilopoulos**, **2000**] Fatigue design allowables for GRP laminates based on stiffness degradation measurements. *Composites Science and Technology*, 60.
[**Placet**, **2009**] Characterization of the thermo-mechanical behaviour of Hemp fibres intended for the manufacturing of high performance composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 40(8), pp.1111–1118.
[**Post et al.**, **2008**] Residual strength prediction of composite materials: Random spectrum loading. *Engineering Fracture Mechanics*, 75(9), pp.2707–2724.
[**Potluri and Thammandra**, **2007**] Influence of uniaxial and biaxial tension on meso-scale geometry and strain fields in a woven composite. *Composite structures*, 77(3), pp.405–418.
[**Pucci**, **2012**] *Analysis of impact behaviour and damage modes of a woven hemp and epoxy matrix composite*, Rapport de stage, Institut Pprime: 2012.
[**Quaresimin et al.**, **2013**] Energy absorption in composite laminates under impact loading. *Composites Part B: Engineering*, 44(1), pp.133–140.
[**Ragoubi et al.**, **2010**] Impact of corona treated hemp fibres onto mechanical properties of polypropylene composites made thereof. *Industrial Crops and Products*, 31(2), pp.344–349.
[**Rahman et al.**, **2008**] Improvement of physico-mechanical properties of jute fiber reinforced polypropylene composites by post-treatment. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39(11), pp.1739–1747.

[**Rahman Khan et al.**, **2011**] Fineness and tensile properties of hemp (Cannabis sativa L.) fibres. *Biosystems Engineering*, 108(1), pp.9–17.
[**Rajesh Mathivanan and Jerald**, **2010**] Experimental investigation of low-velocity impact characteristics of woven glass fiber epoxy matrix composite laminates of EP3 grade. *Materials & Design*, 31(9), pp.4553–4560.
[**Ray et al.**, **2002**] Impact fatigue behaviour of vinylester resin matrix composites reinforced with alkali treated jute fibres. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 33(2), pp.233–241.
[**Reifsnider et al.**, **1983**] Long-term fatigue behavior of composite materials. *Long-term behavior of composites, ASTM STP*, 813, pp.136–159.
[**Reis et al.**, **2012**] Impact response of Kevlar composites with filled epoxy matrix. *Composite Structures*, 94(12), pp.3520–3528.
[**Reis et al.**, **2013**] Impact response of Kevlar composites with nanoclay enhanced epoxy matrix. *Composites Part B: Engineering*, 46, pp.7–14.
[**Renard**, **2010**] Fatigue des Materiaux Composites Renforces de Fibres Continues. *Techniques de l'ingénieur Caractérisation et propriétés d'usage des composites*, TIB144DUO(am5410).
[**Richardson and Wisheart**, **1996**] Review of low-velocity impact properties of composite materials. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 27(12), pp.1123–1131.
[**De Rosa, Santulli, and Sarasini**, **2009**] Acoustic emission for monitoring the mechanical behaviour of natural fibre composites: A literature review. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 40(9), pp.1456–1469.
[**De Rosa, Santulli, Sarasini et al.**, **2009**] Post-impact damage characterization of hybrid configurations of jute/glass polyester laminates using acoustic emission and IR thermography. *Composites Science and Technology*, 69(7-8), pp.1142–1150.
[**De Rosa et al.**, **2011**] Post-impact mechanical characterisation of E-glass/basalt woven fabric interply hybrid laminates. *Express Polymer Letters*, 5(5), pp.449–459.
[**De Rosa et al.**, **2012**] Post-impact static and cyclic flexural characterisation of hemp fibre reinforced laminates. *Composites Part B: Engineering*, 43(3), pp.1382–1396.
[**Sabeel Ahmed et al.**, **2007**] Low Velocity Impact Damage Characterization of Woven Jute Glass Fabric Reinforced Isothalic Polyester Hybrid Composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 26(10), pp.959–976.
[**Samborsky et al.**, **2009**] Comparison of Tensile Fatigue Resistance and Constant Life Diagrams for Several Potential Wind Turbine Blade Laminates. *Journal of Solar Energy Engineering*, 131(1).
[**Samborsky**, **1999**] *Fatigue of E-glass fiber reinforced composite materials and substructures*. Thèse de Doctorat, Montana State University.
[**Santulli**, **2001**] Post-impact damage characterisation on natural fibre reinforced composites using acoustic emission. *NDT & E International*, 34(8), pp.531–536.
[**Santulli and Cantwell**, **2001**] Impact damage characterization on jute reinforced composites. *Journal of Materials Science Letters*, 20(5), pp.477–479.
[**Sawpan et al.**, **2011**] Effect of various chemical treatments on the fibre structure and tensile properties of industrial hemp fibres. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 42(8), pp.888–895.
[**Scarponi et al.**, **2009**] Impact load behaviour of Resin Transfer Moulding (RTM) hemp fibre composite laminates. *Journal of Biobased Materials and Bioenergy*, 3(3), pp.298–310.
[**Schulte et al.**, **1985**] Damage development in carbon fibre epoxy laminates: cyclic loading. In *Proceedings of the MRS-symposium "Advanced Materials for Transport."*Strasbourg.
[**Shah et al.**, **2013**] Fatigue life evaluation of aligned plant fibre composites through S–N curves and constant-life diagrams. *Composites Science and Technology*, 74, pp.139–149.
[**Shahzad**, **2012**] Effects of water absorption on mechanical properties of hemp fiber composites. *Polymer Composites*, 33(1), pp.120–128.
[**Shahzad**, **2011**] Impact and fatigue properties of hemp-glass fiber hybrid biocomposites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 30(16), pp.1389–1398.
[**Shahzad and Isaac**, **2009**] Fatigue Properties of Hemp Fibre Composites. In *17th International Conference on Composites Materials (ICCM-17)*. Edinburgh.

[**Shim and Yang**, **2005**] Characterization of the residual mechanical properties of woven fabric reinforced composites after low-velocity impact. *International Journal of Mechanical Sciences*, 47(4-5), pp.647–665.
[**Shyr and Pan**, **2003**] Impact resistance and damage characteristics of composite laminates. *Composite Structures*, 62(2), pp.193–203.
[**Summerscales and Russell**, **2004**] Observations on the fibre distribution and fibre strain in a woven fabric reinforcement. *Advanced Composite Letters*, 13(3), pp.135–140.
[**Tai et al.**, **1999**] Effects of thickness on the fatigue-behavior of quasi-isotropic carbon/epoxy composites before and after low energy impacts. *Composites science and technology*, 59, pp.1753–1762.
[**Tan et al.**, **2011**] X-ray radiography and micro-computed tomography examination of damage characteristics in stitched composites subjected to impact loading. *Composites Part B: Engineering*, 42(4), pp.874–884.
[**Toubal et al.**, **2006**] Damage evolution and infrared thermography in woven composite laminates under fatigue loading. *International journal of fatigue*, 28(12), pp.1867–1872.
[**Towo and Ansell**, **2008a**] Fatigue evaluation and dynamic mechanical thermal analysis of sisal fibre–thermosetting resin composites. *Composites Science and Technology*, 68(3-4), pp.925–932.
[**Towo and Ansell**, **2008b**] Fatigue of sisal fibre reinforced composites: Constant-life diagrams and hysteresis loop capture. *Composites Science and Technology*, 68(3-4), pp.915–924.
[**Tsai et al.**, **2000**] Fatigue behavior of 3D multi-layer angle interlock woven composite plates. *Composites Science and Technology*, 60(2), pp.241–248.
[**Unnthorsson et al.**, **2008**] Acoustic emission based fatigue failure criterion for CFRP. *International Journal of Fatigue*, 30(1), pp.11–20.
[**Vallons et al.**, **2007**] Carbon composites based on multi-axial multi-ply stitched preforms – Part 6. Fatigue behaviour at low loads: Stiffness degradation and damage development. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 38(7), pp.1633–1645.
[**Wambua et al.**, **2003**] Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics? *Composites Science and Technology*, 63(9), pp.1259–1264.
[**Wen and Yazdani**, **2008**] Anisotropic damage model for woven fabric composites during tension-tension fatigue. *Composite Structures*, 82(1), pp.127–131.
[**Wielage et al.**, **2003**] Processing of natural-fibre reinforced polymers and the resulting dynamic–mechanical properties. *Journal of Materials Processing Technology*, 139(1-3), pp.140–146.
[**Xu and Bhamidipati**, **2002**] An efficient method to estimate the SN curves of engineering materials. In *SEM Annual Conference & Exposition on Experimental and Applied Mechanics*. pp. 2–5.
[**Xue et al.**, **2005**] Integrated micro/macro-mechanical model of woven fabric composites under large deformation. *Composite Structures*, 70(1), pp.69–80.
[**Yuanjian and Isaac**, **2008**] Combined impact and fatigue of glass fiber reinforced composites. *Composites Part B: Engineering*, 39(3), pp.505–512.
[**Yuanjian and Isaac**, **2007**] Impact and fatigue behaviour of hemp fibre composites. *Composites Science and Technology*, 67(15-16), pp.3300–3307.

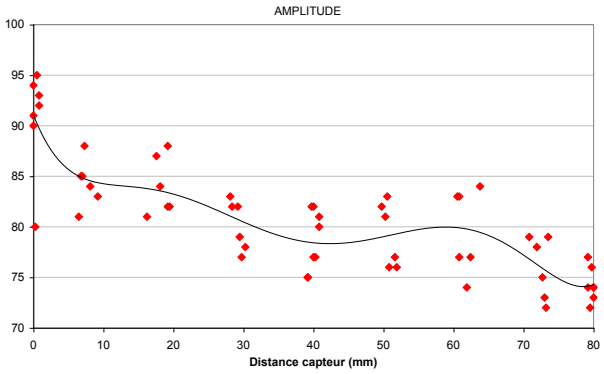
Annexes

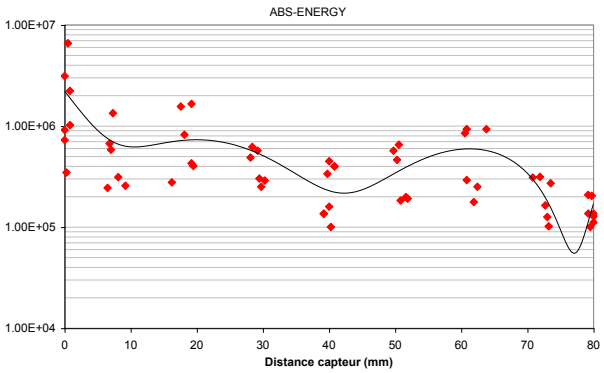
ANNEXE I ATTENUATION .....- 225 -
ANNEXE II TABLEAU DE DEFORMATION PLASTIQUE POUR LA RESINE EPOXY .....- 229 -

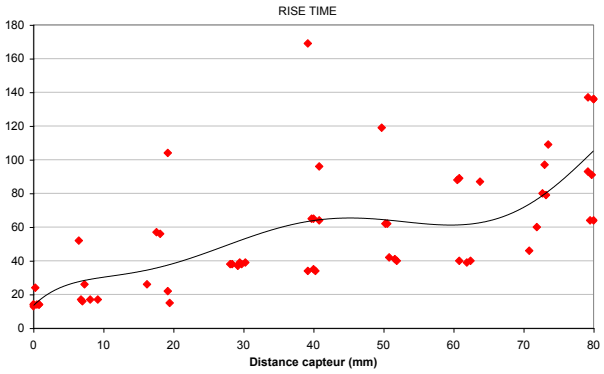
Annexe I Atténuation

Dans cette annexe, on présente des courbes d'atténuation pour des paramètres d'onde acoustique, obtenues à partir des essais par la méthode du cassé de mines sur une éprouvette de résine époxy seule et une de composite chanvre/époxy $[0°/90°]_7$.

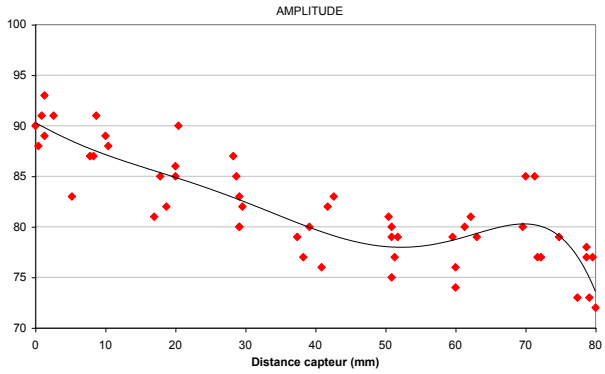
Résine époxy

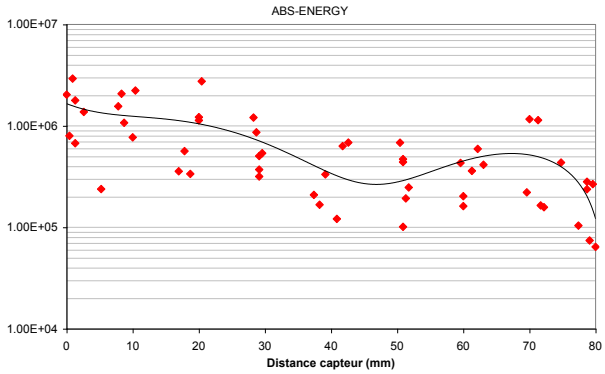


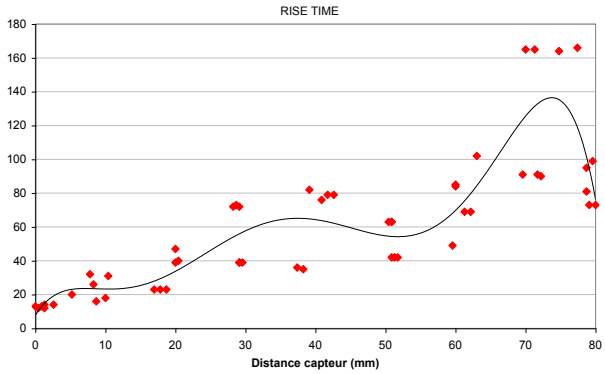




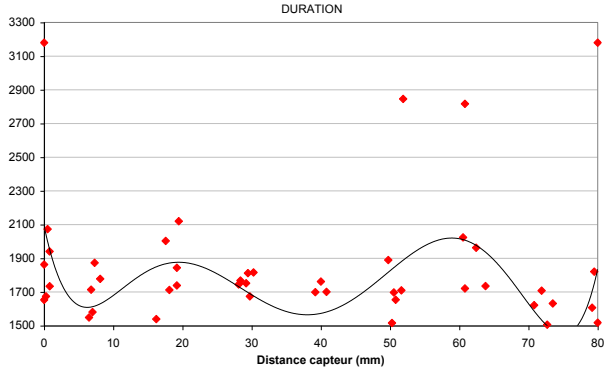
Composite chanvre/époxy $[0°/90°]_7$

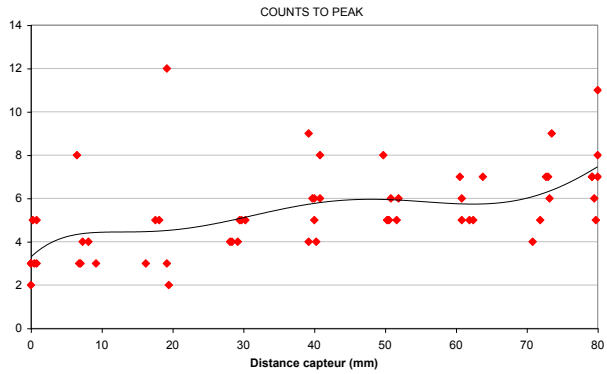


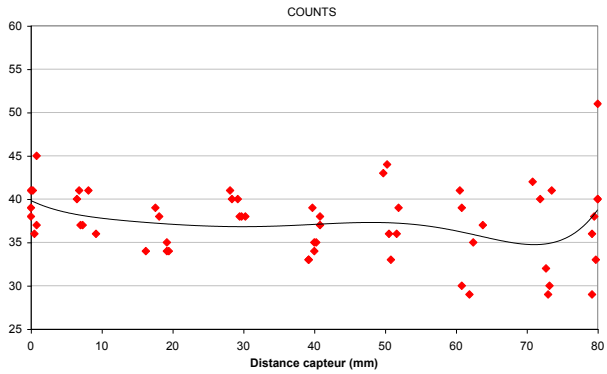


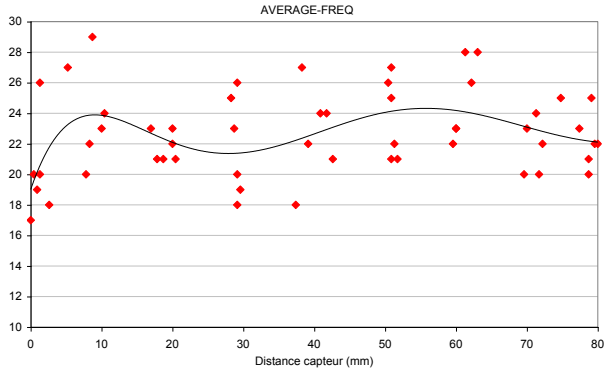


Résine époxy

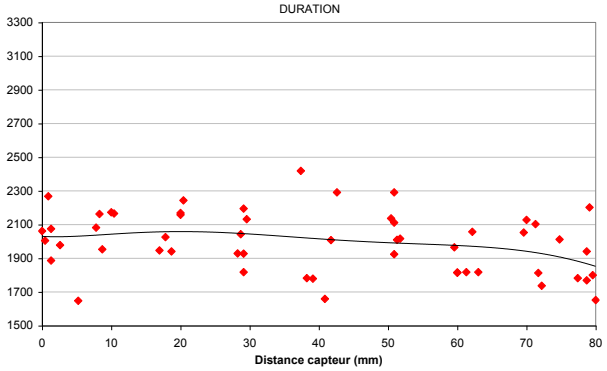


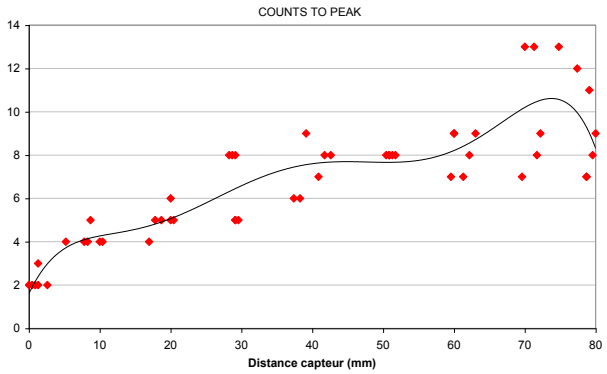


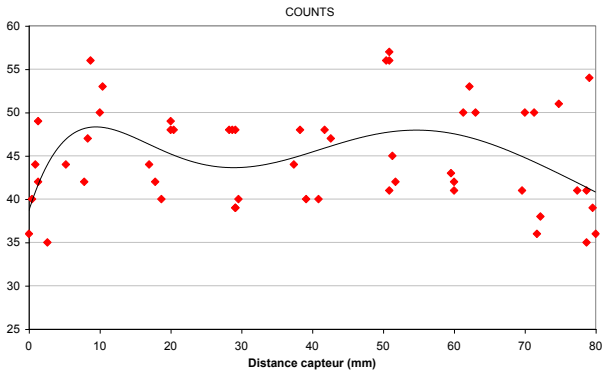


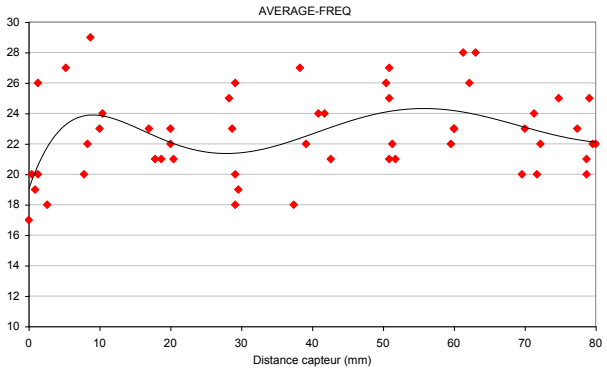


Composite chanvre/époxy $[0°/90°]_7$

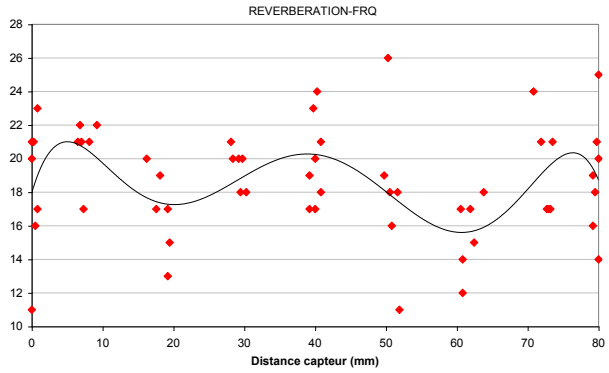


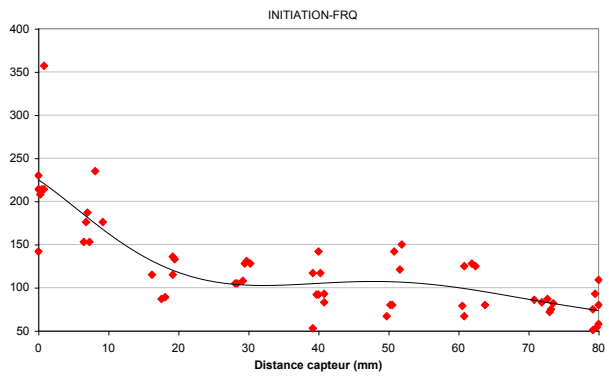


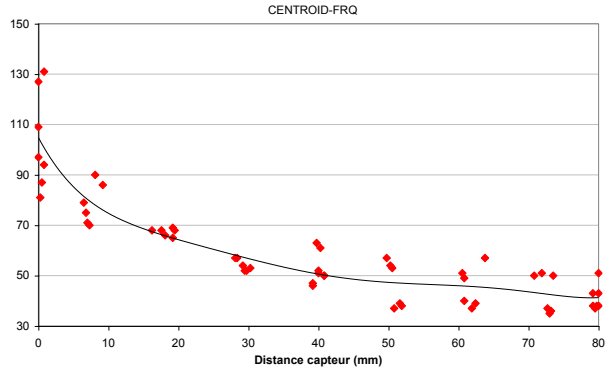


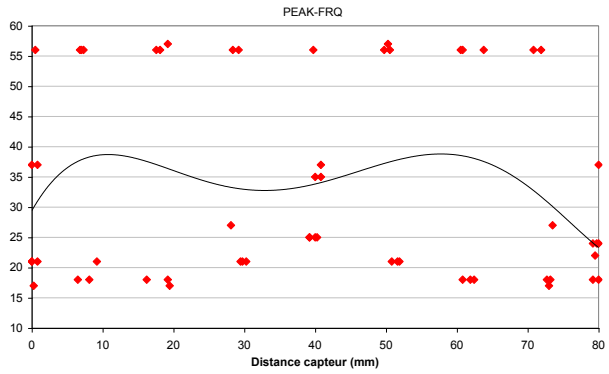


Résine époxy

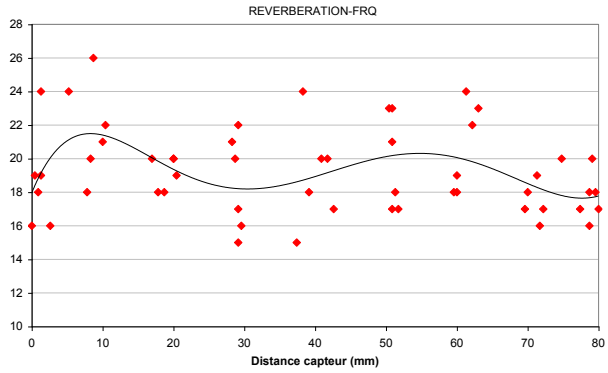


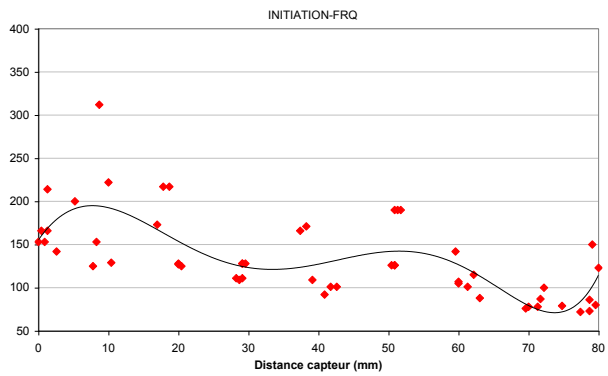


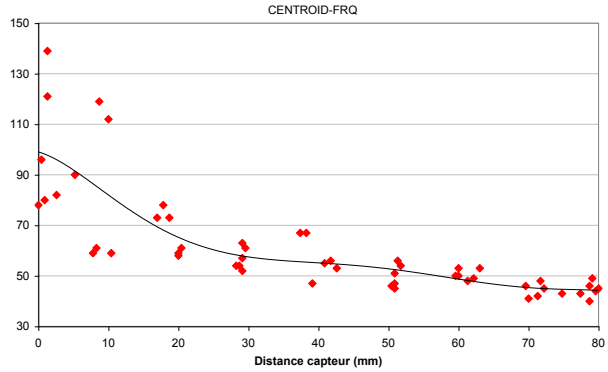


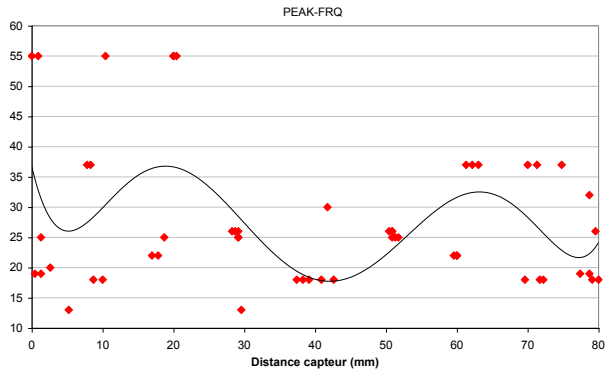


Composite chanvre/époxy $[0°/90°]_7$

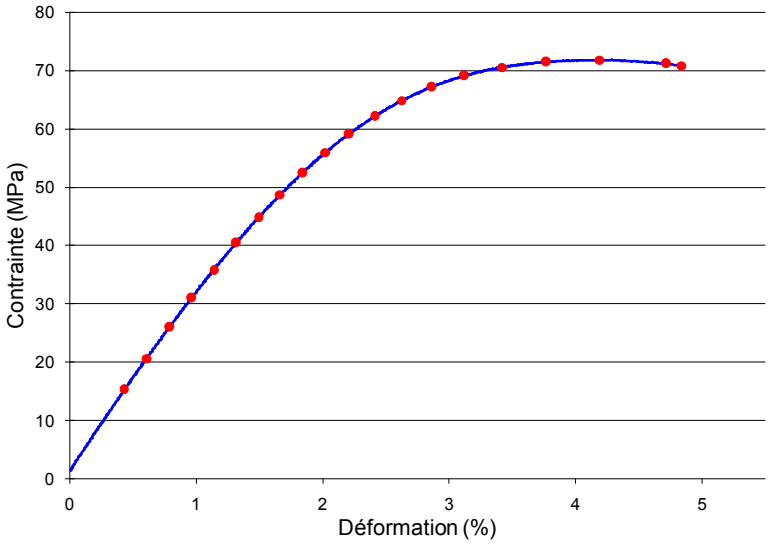








Annexe II Tableau de déformation plastique pour la résine époxy

Contrainte (MPa)	Déformation Plastique	Courbe Contrainte/Déformation d'un essai expérimental avec les points choisis représentés en rouge
15,20	0,00%	
20,57	0,01%	
25,94	0,04%	
30,94	0,06%	
35,67	0,10%	
40,37	0,14%	
44,73	0,19%	
48,68	0,25%	
52,40	0,32%	
55,92	0,40%	
59,09	0,49%	
62,11	0,61%	
64,82	0,74%	
67,09	0,91%	
69,06	1,11%	
70,54	1,37%	
71,44	1,69%	
71,77	2,11%	
71,12	2,65%	
70,79	2,78%	

Nous avons calculé la déformation plastique à partir de la relation :

$$\varepsilon = \varepsilon_p + \varepsilon_{el}$$

On peut exprimer la déformation élastique en fonction de la contrainte et du module de Young :

$$\varepsilon = \varepsilon_p + \frac{\sigma}{E}$$

Donc, on trouve :

$$\varepsilon_p = \varepsilon - \frac{\sigma}{E}$$

où ε est la déformation mesurée par l'extensomètre.

COMPORTEMENT EN FATIGUE AVANT ET APRES IMPACT DE COMPOSITES TISSES CHANVRE/EPOXY

Cette étude porte sur un composite de tissu de chanvre et matrice époxy. Des essais ont d'abord été réalisés sur les constituants. Ils ont montré que le comportement des fils imprégnés par de la résine est plus représentatif du comportement dans le composite que celui des fils secs. Ces essais ont aussi permis de déterminer les paramètres matériaux nécessaires pour l'élaboration d'un modèle par éléments finis d'un pli du composite. Ce modèle est basé sur une simplification de la représentation du tissu. La variabilité des propriétés des constituants a été prise en compte. Les champs de déformation ont été comparés avec ceux mesurés par la technique de DIC à la surface des composites. Des essais de fatigue ont été réalisés sur les composites $[0°/90°]_7$ et $[\pm45°]_7$. L'échauffement a été mesuré par caméra IR, les endommagements ont été suivis par EA et par une caméra haute résolution. Des observations ont été effectuées par microscopie et par microtomographie X. Une analyse approfondie des mécanismes d'endommagement a été réalisée. Un modèle de courbe S-N de fatigue a été adapté aux composites chanvre/époxy étudiés. La tenue à l'impact et le comportement mécanique post-impact du composite chanvre/époxy $[0°/90°]_7$ ont été étudiés. Les résultats ont montré l'influence d'un impact non destructif sur la durée de vie en fatigue de ce composite, et l'évolution de l'endommagement a été analysée. Il a été montré que le modèle des courbes S-N de fatigue peut s'appliquer aux éprouvettes impactées. Il est ainsi possible de prédire la durée de vie en fatigue du composite impacté à partir de sa contrainte à rupture en traction et du comportement en fatigue du matériau sain.

Mots clés : Composites à fibres ; Fibres végétales ; Déformations (mécanique) ; Contraintes (mécanique) ; Endommagement, Mécanique de l' ; Choc (mécanique) ; Duree de vie (ingénierie) ; Simulation par ordinateur ; Eléments finis, Méthode des ; Emission acoustique.

FATIGUE BEHAVIOUR BEFORE AND AFTER IMPACT OF WOVEN HEMP/EPOXY COMPOSITE

This study focuses on a woven hemp/epoxy composite. Tests were first conducted on its components. They showed that the behaviour of resin impregnated yarn is more representative of the yarn behaviour in the composite than the dry yarn usually studied. These tests were also used to determine the material parameters necessary for the development of a finite element model of a composite ply. This model is based on a simplified representation of the fabric. Variability of properties of the components was taken into account. Strain fields were compared with those measured by the DIC technique on the surface of the composites. Fatigue tests were conducted on composites $[0°/90°]_7$ and $[\pm45°]_7$. Heating was measured by IR camera; the damage was followed by AE and high resolution camera. Observations were made by microscopy and X-ray microtomography. A detailed analysis of damage mechanisms was performed. A model of S-N fatigue curve was adapted to the studied hemp/epoxy composite. The resistance to impact and the post-impact mechanical behaviour of the $[0°/90°]_7$ hemp/epoxy composite were studied. The results showed the influence of a non-destructive impact on the fatigue life of the composite, and the evolution of the damage was analyzed. It has been shown that the model of S-N fatigue curve can be applied to impacted specimens. It is thus possible to predict the fatigue life of the impacted composite from the tensile strength and fatigue behaviour of the non-impacted material.

Keywords: Fibrous composites ; Plant fibers ; Deformations (Mechanics) ; Strains and stresses ; Continuum damage mechanics ; Shock (Mechanics) ; Service life (Engineeting) ; Computer simulation ; Finite element method ; Acoustic emission.